

T H E S E S

présentées

A LA FACULTE DES SCIENCES DE L'UNIVERSITE DE DIJON

pour obtenir

LE TITRE DE DOCTEUR DE L'UNIVERSITE DE DIJON, MENTION SCIENCES.

par

M. BOUSCHARAIN Henri, Etienne

Pharmacien-Capitaine

Directeur du Laboratoire des Subsistances de DIJON.

1ère T H E S E

CONTRIBUTION A L'ETUDE DE LA COMPOSITION CHIMIQUE DU CASSIS AU
COURS DE SA MATURATION ET DE SA TRANSFORMATION TECHNOLOGIQUE
EN JUS DE FRUIT.- (BOURGOGNE, 1961-1962).-

2ème T H E S E

Propositions données par la Faculté

Soutenues le 15 Juin 1964, devant la Commission d'Examen.

M. DECOMBE, Président

M. BARON)
(Examineurs
M. REY)

M. BERGERET Chargé de l'Enseignement de l'Oenologie
à la Faculté des Sciences de DIJON.

Liste des membres du corps enseignant
de la Faculté des Sciences de DIJON.

FACULTE DES SCIENCES
DE L'UNIVERSITE DE DIJON.

Doyen : M. CIRY, professeur de Géologie.

Professeurs titulaires.

- MM. J. ARBAULT, Mathématiques.
C. ARNAL, Botanique.
C. BARON, Chimie Biologique.
J. BOUCHARD, Radioélectricité et Electronique.
C. CLEMENT, Physiologie Animale.
J. DECOMBE, Chimie Générale.
B. D'ORGEVAL-DUBOUCHET, Mécanique.
R. HUSSON, Biologie Animale.
F. LAGRANGE, Mathématiques.
L. MARIOT, Physique.
J. TIROUFLET, Chimie Générale.

Professeurs à titre personnel.

- MM. R. AMIOT, Physique.
P. RAT, Géologie.

Professeurs sans chaire.

- MM. F. BUGNON, Biologie Végétale.
J. CHAUDONNERET, Biologie Animale.
P. VERNIER, Physique.



CONTRIBUTION A L'ETUDE DE LA COMPOSITION CHIMIQUE
DU CASSIS AU COURS DE SA MATURATION ET DE SA
TRANSFORMATION TECHNOLOGIQUE EN JUS DE FRUIT.-

(BOURGOGNE, 1961-1962).-

A MA FEMME,

A MES PARENTS,

A MA FAMILLE,

A MES AMIS.



Digitized by the Internet Archive
in 2026

https://archive.org/details/IA41548204_0006

A MES MAITRES,

de l'Université de LYON,

de l'Hôpital Militaire d'Application du VAL DE GRACE.

A mes Chers,

Monsieur le Médecin Général CHAPPOUX
Directeur du Service de Santé de la
7ème Région Militaire.

Monsieur l'Intendant Général de 2° Cl. ROBERT
Directeur de l'Intendance de la
7ème Région Militaire.

Monsieur l'Intendant Militaire de 1° Cl. DUVERNAY
Adjoint au Directeur de l'Intendance.

Monsieur l'Intendant Militaire de 1° Cl. DE PENGUERN
Chef de Service
de l'Intendance des Subsistances.

AVANT PROPOS

Monsieur le Professeur DECOMBE m'a fait le grand honneur de s'intéresser à ce mémoire. J'ai pu ainsi apprécier la valeur de ses directives, de ses conseils éclairés et de sa bienveillante critique. Pour cette aide efficace, je prie Monsieur le Professeur DECOMBE .. d'accepter l'expression de ma très respectueuse gratitude.

J'exprime ma profonde reconnaissance et mes sentiments très respectueux à Monsieur le Professeur C. BARON et à Monsieur le Professeur REY, qui ont bien voulu accepter de juger ce travail.

Monsieur le Professeur BERGERET m'a accueilli, dès 1959 dans son laboratoire, avec une grande amabilité. Il a bien voulu me confier ce travail qui ne s'éloignait pas trop de mes attributions militaires.

Qu'il soit assuré que j'ai mesuré pleinement la valeur de ses judicieuses interventions, de ses conseils éclairés et de ses encouragements toujours renouvelés.

Qu'il veuille bien croire, qu'à propos de ces recherches appliquées, j'ai apprécié la solidité de son expérience et la constance de son soutien.

Au delà de l'objet de ce travail, j'ai trouvé en lui, en tout temps, le conseiller le plus averti conciliant toujours les circonstances professionnelles imposées avec le but choisi.

Pour ceci, j'adresse à Monsieur le Professeur BERGERET l'expression de ma profonde gratitude et de ma déférente amitié.

TABLE DES MATIERES.

I - INTRODUCTION.

II - PREMIERE PARTIE.

Le Fruit - Prélèvements et techniques d'analyses.

1) Echantillonnage.

- Prélèvements des fruits au cours de la maturation.
- Prélèvements des échantillons aux différents stades de la fabrication du jus.

2) Minéralisation.

- Minéralisation sulfonitrique.
- Minéralisation nitropermanganique.
- Minéralisation nitrique.

3) Méthodes d'analyses.

- Détermination de la densité.
- Dosage des sucres totaux.
- Dosage de l'extrait sec total.
- Dosage des cendres.
- Dosage de l'alcalinité des cendres.
- Dosage de l'acidité de titration.
- Dosage des ions minéraux.
- Dosage de l'azote.
- Dosage des acides organiques.
- Dosage de l'acide ascorbique.
- Expression des résultats, notion de rendement.

III - DEUXIEME PARTIE.

Etude du fruit.

1) Etude de l'évolution des éléments botaniques
de la grappe.

2) Analyses.

- Interprétation des résultats calculés par rapport
à 100 grammes de chacun des éléments botaniques du
fruit pendant la maturation.
- Interprétation des résultats rapportés à 100 grammes
de grappe fraîche pendant la maturation.

IV - TROISIEME PARTIE.

Technologie et étude chimique du jus de cassis.

V - CONCLUSIONS.

VI - REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES.

I N T R O D U C T I O N

Le cassissier - Ribes Nigrum L. - (Ribesiacées) cultivé traditionnellement en Bourgogne depuis plusieurs siècles a considérablement étendu son aire de culture aux dépens de vignobles arrachés. Le tableau suivant montre l'importance des récoltes de cassis depuis 32 ans. (1)

1929	Côte d'Or	17.300 Qx.	France	107.540 Qx.
1935	Côte d'Or	15.300 Qx.	France	34.840 Qx.
1939	Côte d'Or	12.000 Qx.	France	25.242 Qx.
1947	Côte d'Or	8.500 Qx.	France	28.018 Qx.
1956	Côte d'Or	11.000 Qx.	France	23.000 Qx.
1961	Côte d'Or	15.000 Qx.		

La transformation du fruit du cassissier en un produit de saveur agréable et de caractéristiques constantes a fait l'objet de longs tâtonnements.

En 1841, LAGOUTE et JOLY à DIJON mettent au point la formule de la liqueur de cassis par macération alcoolique de baies broyées et additionnées de sucre. En 1844 la maison LAGOUTE fabriquait annuellement 250 hectolitres de liqueur et en 1929 la seule région dijonnaise fabriquait 40.000 hectos, soit la moitié de la production française.

Mais à côté de cette fabrication un nouveau débouché s'est ouvert qui prend une place de plus en plus importante, celui du jus de cassis non alcoolisé.

Le cassis est donc devenu une ressource importante de l'économie bourguignonne.

Lorsqu'on étudie l'évolution de ces industries, on est frappé par le caractère empirique qui préside à l'élaboration des préparations issues de ce fruit. A l'échelle près les formules de liqueur mises au point il y a un siècle n'ont pas subi de modifications. Quant au jus, sa fabrication est le résultat d'adaptations successives de procédés utilisés dans l'industrie alimentaire pour la fabrication de produits similaires. On ne trouve que très peu de données relatives à la composition du fruit et de son jus, ce qui serait pourtant un guide précieux pour la conduite rationnelle des opérations d'élaboration et de conservation d'un produit destiné à la consommation. Parmi les publications épisodiques que fournit la littérature citons les suivantes :

En 1930, J. VERCIER ⁽²⁾ publie les premières analyses de cassis effectuées dans la région de BEAUNE.

En 1958, J. BERGERET ⁽³⁾ étudie l'évolution de la vitamine C au cours de la maturation de plusieurs variétés de baies de cassis. En 1959, ⁽⁴⁾ il s'attache à évaluer les apports extérieurs en fer et en cuivre qui souillent les fruits au cours de la croissance.

En 1960, P. GOUNY et G. VANGHEESDAELE (5) publient leurs observations relatives aux variations de la richesse en sucre et des taux de quelques éléments minéraux.

Nous avons pensé qu'il pouvait être intéressant d'apporter une nouvelle contribution à la connaissance du cassis. Dans ce but, nous nous sommes attachés à étudier aussi complètement que possible la composition chimique du cassis au point de vue de ses composants minéraux. Nous avons d'abord suivi les variations de cette composition pendant la durée de la maturation en examinant séparément le cas de la rafle, de la pellicule, de la pulpe et de la baie entière. Puis, nous avons complété cette étude par l'analyse du jus de fruit, y compris le sucre et les acides organiques, ce qui nous a conduit à établir plusieurs bilans analytiques qui représentent une contribution non négligeable à une meilleure connaissance du cassis.

Ce travail comportera trois parties :

Dans la première nous exposerons :

a) le protocole opératoire concernant les prises d'échantillon au cours du développement du fruit et de l'élaboration du jus.

b) les procédés de minéralisation et les méthodes analytiques utilisés pour la détermination des ions minéraux, des acides organiques et des sucres.

La deuxième partie sera consacrée à l'étude de l'évolution de l'extrait sec, des cendres et des constituants minéraux des différents éléments botaniques de la grappe au cours de la maturation.

La troisième partie traitera de la composition du jus de cassis non alcoolisé, en suivant les variations de composition au cours des différentes étapes de la fabrication industrielle, compte tenu de l'évolution des acides organiques : citrique, malique, lactique et ascorbique.

La confrontation de ces résultats nous permettra de tirer des conclusions qui, nous l'espérons, pourront intéresser l'industrie régionale.

P R E M I E R E P A R T I E

Le Fruit - Prélèvement et technique d'analyse.

I. ECHANTILLONNAGE. -

1.- Prélèvements des fruits au cours de la maturation.

Dix prélèvements, échelonnés entre le 17 Avril et le 27 Juin 1961, ont été effectués dans quatre exploitations de la région dijonnaise :

2 champs, de la commune de Ruffey-lès-Echirey, plantés en cassis variété "Noir de Bourgogne", désignés dans l'exposé par les lettres "A" et "B", et deux autres, à Sennecey-les-Dijon, en variété "Royal de Naples" désignés par "C" et "D".

Nous avons pratiqué la méthode de prélèvement suivante qui semble donner le maximum de garanties quant à l'uniformité des prélèvements et par conséquent à la reproductibilité des résultats.

Dans chaque exploitation nous avons choisi les arbustes les plus représentatifs de la végétation moyenne excluant les pieds trop précoces ou trop tardifs, les cueillettes successives étant réalisées au même moment de la journée, entre dix et onze heures du matin, par temps sec, sur toute l'étendue de la culture. La morphologie des plants nous a permis de prélever, chaque fois dans la zone médiane

des rameaux les plus robustes. Ceux-ci sont âgés de 3 à 4 ans. A ce niveau, la végétation représente un développement optimum pour le pied et uniforme pour la plantation.

A chaque pied, où les prélèvements sont effectués nous sectionnons d'abord des fleurs, puis au fur et à mesure du développement des grappes : des baies choisies chaque fois que cela est possible dans des orientations opposées. Au cours d'une même visite nous constituons un échantillon moyen dont le poids augmente, du mois d'avril au mois de juin de 0,500 kg environ à 1,500 kg.

L'un des buts de notre étude étant les variations des taux de matières minérales, nous avons exclu tout contact métallique pendant la récolte, le stockage et la préparation des lots à étudier. L'usage des ciseaux métalliques est à proscrire. Nous avons utilisé des pinces en corne ou en matière plastique, en sectionnant toujours des grappes entières, d'égale importance, constituées par une dizaine de baies environ. Ce matériel est conservé dans des sachets de matière plastique. Le prélèvement est aussitôt pesé. Les échantillons destinés aux traitements préliminaires de l'analyse sont de poids sensiblement égaux d'un prélèvement à l'autre.

Les premières cueillettes fournissent fruits verts et rafle seulement. Mais, avec le temps, pellicule, ensemble

pulpe-pépins se différencient. Dès le 2 mai 1961 et jusqu'à la récolte, les diverses parties des baies sont séparées.

A l'aide d'un agitateur, dont une extrémité est tranchante et l'autre arrondie en forme de spatule, la baie est ouverte et partagée en deux. La pulpe, consistante, est détachée avec facilité de la pellicule et déposée dans des verres de montre tarés. Nous avons observé, au début de notre travail, que l'enveloppe de la baie n'adhère pas à la partie centrale du fruit.

2.- Prélèvements des échantillons aux différents stades de la fabrication du jus.

Il ne semble pas, à notre connaissance que cet aspect de la technologie ait été déjà traité. Nous avons effectué 13 prélèvements aux 13 stades principaux de la fabrication qui seront exposés dans la 3ème partie de notre travail. Les échantillons sont conservés quelques heures à - 5° C dans des flacons à large ouverture de 500 ml avant d'être minéralisés et analysés. Ces prélèvements représentent les divers aspects du jus au moment où la chaîne fonctionne à plein rendement.

II. MINERALISATION. -

Nous avons utilisé des méthodes de minéralisation par voie humide de préférence à celles par voie sèche préconisée par certains auteurs. (6) (7) (8) Plusieurs méthodes

furent employées. Chacune d'elles devant être adaptée à l'élément ou au composé que nous nous sommes proposé de doser.

1.- Minéralisation sulfonitrique.

Elle a été pratiquée de la façon suivante :

Les prises d'essais pesées sont déposées dans un ballon en verre pyrex de 250 ml surmonté d'un réfrigérant et contenant 5 ml d'acide sulfurique pur pour analyses. On chauffe progressivement jusqu'à ce qu'il se forme des vapeurs lourdes et blanches à la surface du liquide. A ce moment on ajoute goutte à goutte par le sommet du réfrigérant, sans arrêter l'ébullition, des petites quantités d'acide nitrique pur. Le milieu se colore d'abord, puis s'éclaircit. A ce moment on ajoute avec précaution 5 à 6 gouttes d'eau oxygénée concentrée et l'on continue à chauffer jusqu'à décoloration complète. On ajoute alors quelques ml d'eau distillée et l'on maintient encore une vingtaine de minutes à l'ébullition pour hydrolyser les pyrophosphates. On transvase ensuite dans une fiole jaugée, pour prélever des parties aliquotes.

En ce qui concerne l'étude des jus de cassis riches en matière sucrée, nous avons dû, pour éviter la formation de mousses gênantes procéder préalablement à une évaporation à sec.

Cette technique ne pouvait évidemment pas convenir pour le dosage des anions SO_4^{4-} , ni pour celle des anions Cl^- .

2.- Minéralisation nitropermanganique.

Plutôt que de doser les chlorures dans les cendres nous avons préféré la minéralisation par voie humide en présence de nitrate d'Argent. La minéralisation par la méthode nitropermanganique préconisée par P. JAULMES, se pratique de la façon suivante :

L'échantillon est additionné, dans l'ordre, d'un excès connu d'une solution titrée de nitrate d'Argent, d'acide nitrique pur (10 à 15 ml) et de 50 ml environ d'une solution saturée de permanganate de potassium. Une ébullition soutenue pendant trente minutes permet l'insolubilisation des ions Cl^- sous forme de chlorure d'argent. L'excès de permanganate de potassium est détruit par l'addition de quelques gouttes d'eau oxygénée à 110 volumes. Le liquide obtenu, limpide incolore ou très légèrement jaune contient le chlorure d'argent insolubilisé.

3.- Minéralisation nitrique.

Pour doser les ions SO_4^{4-} nous avons pratiqué une minéralisation nitrique sur les échantillons. L'attaque est commencée par l'acide nitrique seul (20 à 25 ml) à chaud et sous réfrigérant. Elle est longue, mais elle permet au

bout de 45 minutes d'avoir un résidu liquide jaune pâle qui s'éclaircit notablement quand on y ajoute quelques gouttes d'eau oxygénée concentrée.

III. METHODES D'ANALYSES.-

1.- Densité.

Chaque fois que l'état physique des prélèvements l'a autorisé, nous avons déterminé la densité par la méthode aréométrique en corrigeant les lectures faites sur l'appareil en fonction de la température de l'échantillon.

2.- Dosage des sucres totaux.

Le dosage a été effectué sur les échantillons des jus de cassis en utilisant la méthode à la liqueur de FEHLING, selon la technique de G. BERTRAND, appliquée à un jus déféqué modifiée par J. KIGER (10). La technique est la suivante:

La prise d'essai de jus ou de marc - 5 grammes - est introduite dans 1 ballon jaugé de 100 cm³. Une agitation énergique pendant plusieurs minutes, en présence de 20 cm³ d'eau distillée est imprimée au ballon, de façon à obtenir une "purée" fluide homogène.

Le défécant retenu est le mélange extemporané à parties égales de 2 solutions de ferrocyanure de potassium à 15 % et d'acétate de zinc à 30 %. 2 cm³ de chaque solution sont introduits dans le ballon.

Comme nous désirions connaître la teneur en sucres totaux il fallait pratiquer une hydrolyse acide. Pour cela : 25 cm³ de la solution déféquée sont placés dans un ballon jaugé de 50 cm³ et additionnés de 2 cm³ d'acide chlorhydrique pur. On porte à l'ébullition pendant 30 minutes. Après refroidissement et neutralisation de la solution par la soude les ballons sont complétés jusqu'au trait de jauge. Les dosages sont effectués sur des prises d'essais de 20 cc. La correspondance cuivre-sucres a été déterminée au moyen des tableaux établis par J. KIGER (10).

3.- Dosage de l'extrait sec total.

La première détermination réalisée est le taux de matière sèche totale ou extrait sec total contenu dans les prises d'essais. La quantité d'extrait sec est en relation directe avec la richesse en sucres présents dans l'échantillon.

Les publications relatives à la détermination de l'extrait sec des jus de fruits et des vins recommandent l'utilisation d'une étuve multicellulaire, branchée sur une trompe à vide permettant un courant d'air de débit modéré. On opère à 70°. Le temps de la dessiccation est fixé à 6 heures.

Les capsules de forme rectangulaire sont en platine. Les prises d'essais sont de 10 g. Le vide partiel (indiqué par un manomètre) est maintenu pendant 6 heures, temps que

les études précises entreprises par P. JAULMES (11) ont estimé suffisant pour obtenir une dessiccation complète. Après refroidissement dans un dessiccateur les capsules sont pesées.

4.- Dosage des cendres.

Le taux d'extrait sec étant calculé, chaque capsule est placée dans un four électrique, a thermostat réglable. La température limite qu'il est essentiel de ne pas dépasser est fixée à 500° C. Les capsules sont introduites dans le four électrique à froid. L'élévation de la température assez lente évite les inconvénients décrits par P. JAULMES (12): pertes par projections, les pertes par volatilisation pour les températures supérieures à 525° C. Notons que cette température est retenue par l'association des chimistes américains pour l'obtention des cendres. Un séjour de 5 heures à la température fixée permet d'obtenir des cendres blanches pour les feuilles, pour la rafle et les fruits. Signalons que les cendres des baies, des pellicules et de la pulpe présentent un reflet très légèrement bleu. Sans doute, faut-il relier cette constatation à la présence du cuivre. Après la calcination les capsules refroidies sont pesées.

5.- Dosage de l'alcalinité des cendres.

La capsule en platine contenant les cendres est déposée dans le fond d'un vase en pyrex. 50 ml d'eau distillée et 10 ml d'acide sulfurique N/10 sont ajoutés. On chauffe

jusqu'à ébullition douce, maintenue pendant quelques minutes. Les cendres entrent en dissolution. Après refroidissement la capsule est soigneusement rincée deux fois avec quelques ml d'eau distillée bouillie. L'excès d'acide est dosé par la soude N/10, en présence d'hélianthine, selon les indications de J. RIBERAU-GAYON et E. PEYNAUD (13). Cet indicateur qui vire à $\text{pH} = 4$ ne tient compte que de la première fonction de l'acide phosphorique (la seule fonction salifiée dans le cas que nous étudions). Les résultats sont exprimés en milliéquivalents ou en mg. d'anion carbonate pour 100 grammes d'échantillon frais analysé.

6.- Dosage de l'acidité de titration dans les jus.

L'acidité des jus a été déterminée par un dosage alcalimétrique au moyen de la soude titrée en présence de bleu de bromophénol. Ce colorant vire du jaune au bleu entre $\text{pH} 6$ et $\text{pH} 7,6$. L'addition de soude titrée est faite jusqu'à coloration bleu franc.

Nous avons adopté les modifications apportées par P. JAULMES qui conseille de définir dans un essai préalable la teinte pour laquelle la neutralité est atteinte en tamponnant la prise d'essai par une solution tampon à $\text{pH} = 7$. La technique gagne ainsi en précision.

L'acidité de titration est exprimée en acide citrique et les résultats sont ramenés à 100 grammes de produit frais analysé.

7.- Méthodes de dosages des ions minéraux.

a) - Dosage des ions alcalins.

Ce dosage a été effectué sur les liqueurs de minéralisation sulfonitrique par la méthode de spectrophotométrie de flamme qui est d'un emploi courant en analyse bromatologique. Etant donné la richesse en potassium de nos prises d'essais, il a fallu diluer au 1/200 ou au 1/400 chacune d'elle. Par contre le dosage du sodium a pu être effectué directement sur le produit de l'attaque ou après une dilution au 1/10 seulement.

b) - Dosage des ions alcalino-terreux.

Les dosages du calcium et du magnésium présents dans les échantillons prélevés sont assez délicats à réaliser. Ils ont été effectués à l'aide d'une technique complexométrique utilisant le complexon III ou versénate de sodium. On a effectué d'abord un dosage direct du calcium en présence du réactif de PATTON et REEDER ⁽¹⁴⁾ (Acide 2 hydroxy-1-(2 hydroxy-4-sulfo-1-naphtylazo)-3-naphtoïque) comme indicateur interne de fin de réaction sur une première prise d'essai, puis un dosage de l'ensemble calcium-magnésium en

en présence de noir ériochrome T. La différence entre les deux volumes de versénate utilisés permet de calculer le taux de magnésium. C'est le procédé utilisé par P. JACQUIN (15) pour le dosage du calcium et du magnésium dans les cendres de pommes, de poires et de produits cidricoles, avec cette différence que cet auteur utilise la murexide comme indicateur de virage pour le dosage du calcium. Or depuis 1956, différents travaux soulignent les qualités de sélectivité et de sensibilité du réactif de PATTON et REEDER, qui donne en milieu alcalin un virage très net allant du rouge en présence de calcium au bleu franc en son absence. De plus, il 'n'enregistre' pas la présence de magnésium dans le milieu analysé. En particulier J. TRONCHET (16) a utilisé cet indicateur en vue du dosage du calcium dans les milieux biologiques en raison de son caractère de grande spécificité.

Dans un vase cylindrique contenant le calcium à doser on ajoute d'abord à la solution préalablement neutralisée 1 ml de solution de potasse et de cyanure de sodium, pour imposer au milieu le pH alcalin nécessaire pour complexer les métaux lourds et stabiliser la combinaison calcium-indicateur colorée. Puis on ajoute d'abord 1 pincée de réactif de PATTON et REEDER et ensuite, goutte à goutte, la solution de complexon III N/50 jusqu'à obtention de bleu franc. On opère sous agitation électromagnétique.

L'ensemble calcium-magnésium est dosé sur une prise d'essai, neutralisée et tamponnée, de volume identique à celle qui est utilisée pour la détermination précédente. On ajoute 2 cm³ de cyanure de potassium à 1 %. La solution de versénate est introduite comme dans la détermination du taux de calcium seul, jusqu'à obtention de la couleur bleue.

c) - Dosage du fer.

Le fer est dosé par colorimétrie du complexe rouge obtenu entre l'orthophénanthroline et les sels ferreux en milieu acide. Cette méthode est appliquée à une partie aliquote du produit de minéralisation sulfonitrique, neutralisée en présence de phénolphtaléïne, par la soude, comme nous l'avons indiqué lors de l'exposé des techniques de minéralisation.

A la prise d'essai de 10 ml dans un ballon jaugé de 50 ml, neutralisée, nous ajoutons 1 ml d'une solution à 10 % d'acide chlorhydrique, 2 ml d'une solution d'hydroquinone à 2,5 % et de sulfite de sodium à 20 %, qui réduisent le fer, 1 ml d'une solution alcoolique d'orthophénanthroline à 0,5 %. Après un repos de 15 minutes, 10 ml d'acétate d'ammoniaque à 20 % dans de l'eau fait apparaître dans le milieu la teinte jaune orangé de l'orthophénanthroline ferreuse. Les ballons sont complétés jusqu'au trait de jauge.

On a utilisé une électrophotocolorimètre étalonné à l'aide d'une gamme de concentration croissante en fer (10, 20, 30, 50, 80, 100 ⁰) obtenus à partir d'une solution mère contenant 0,0863 g. d'alun de fer et d'ammonium dissout dans 10 ml d'acide chlorhydrique Normal et étendu à 1 volume de 1 litre par de l'eau bidistillée. La lecture des différentes intensités de coloration est faite pour une longueur d'onde de 5080 Å.

d) - Dosage du cuivre.

L'évaluation des faibles quantités de cuivre présentes dans le cassis nécessitent une technique sensible et fidèle. Seule la méthode photocolorimétrique dérivée de la réaction de BRECKENDRIDGE permet d'obtenir de bons résultats. Elle a été appliquée à l'oenologie par E. PEYNAUD (17). J. BERGERET l'a utilisée dans les travaux relatifs au fruit et à la rafle de cassis.

Le principe de la méthode est le suivant : Le cuivre réduit par un excès d'hydroxylamine, en présence de 2,2' diquinolyle dissout dans l'alcool isoamylique forme dans des conditions de pH déterminées un complexe coloré en rouge violacé, extrait par la phase organique. Cette réaction est tout à fait spécifique du cuivre puisque la présence de 55 ions différents à ces concentrations de 10.000 parties pour 1 partie de cuivre n'interfère pas.

De plus elle est réalisable dans une zone de pH relativement large qui s'étale de 3 à 7,5.

Les dosages sont effectués dans des tubes à essais en verre bouchant émeri. Les prises d'essais de 20 ml exactement mesurées, neutralisées sont additionnées de 1 goutte d'acide chlorhydrique pur afin de fixer le pH entre 3 et 7,5. 2 ml de la solution aqueuse d'acétate de sodium à 5 % tamponnent le milieu. La réduction est opérée par excès de chlorhydrate d'hydroxylamine tandis que 5 ml de 2,2' diquinolyle à 0,02 % en solution dans l'alcool isoamylique complexent le cuivre. Les tubes bouchés sont vivement agités pendant 1 minute. Un repos de 2 heures environ est nécessaire à la séparation des deux phases, dont l'une contient le complexe rouge violacé.

Des solutions de concentrations connues en cuivre servent à l'étalonnage du photocolorimètre. La lecture est faite pour une longueur d'onde de 5460 Å.

e) - Dosage des chlorures.

S'effectue par la méthode classique de CHARPENTIER-VOLHARD.

f) - Dosage des sulfates.

L'ion sulfate est dosé par gravimétrie du précipité de sulfate de baryte.

g) - Dosage des phosphates.

Les phosphates sont dosés par une méthode dérivée du procédé R. BELL et E. DOISY (18) - ARRHENIUS (19). Elle a été étudiée par plusieurs auteurs, appliquée au vin par G. AGABALIAN TZ et DOUBROWSKAYA et modifiée par L. DEIBNER et H. BOUZIGUES (20).

Le principe est le suivant : la réduction de l'acide phosphomolybdique par addition au milieu d'une solution d'hydroquinone et de sulfite de sodium, provoque le développement d'une coloration bleue, qui se stabilise et qui est proportionnelle à la quantité d'acide orthophosphorique contenu dans le milieu.

A un volume convenable de produit de minéralisation neutralisé, nous ajoutons, dans l'ordre : 1 cm³ d'acide sulfurique à 30 %, 1 cm³ de solution de molybdate d'ammoniaque à 10 %, 1 cm³ d'un mélange composé de 0,50 g. d'hydroquinone et de 20 g. de sulfite de sodium dans 100 cm³ d'eau distillée, 15 cm³ d'eau distillée.

La coloration bleue se révèle. Au bout de 30 minutes l'intensité de la couleur est lue au photocolorimètre pour une longueur d'onde de 8300 Å.

h) - Dosage de l'azote.

On a utilisé la méthode de KJELDAHL sous la forme suivante : la prise d'essai de cinquante grammes environ est

placée dans une fiole à attaque. Un séjour d'une nuit à l'étuve permet d'avoir un résidu sec et noir qui tapisse le fond du ballon à minéraliser. A l'aide d'une éprouvette on ajoute 10 ml d'acide sulfurique concentré, 0,1 g. de sélénite de potasse et 6 grammes environ de mélange de sulfate ferreux et de sulfate de potasse. Par chauffage très progressif on obtient un liquide jaune que l'on transvase dans un ballon jaugé.

Sur une partie aliquote, on effectue le dosage par distillation de l'ammoniaque dans l'appareil de PARNAS-WAGNER, en utilisant le mélange rouge de méthyle, bleu de méthylène comme indicateur de virage.

i) - Dosage des acides organiques.

Les acides organiques ont été dosés selon la méthode mise au point par R. CORDONNIER et Cl. BIZEAU (21), c'est à dire par chromatographie sur résines échangeuses d'anion. Le mode opératoire est le suivant : Dans une colonne en verre contenant 20 cm³ de résine Dowex 1-8 X préparée par percolation d'une solution de formiate de sodium 3 M, et soigneusement rincée à l'eau distillée, le liquide contenant les acides à doser est introduit. Une dépression soigneusement réglée facilite l'écoulement et le régularise. L'éluant utilisé est l'acide formique 0,75 N. Les fractions d'élution, de 10 cm³ environ sont recueillies dans des cristallisoirs

et évaporées au bain-marie. L'acidité du résidu repris par l'eau distillée est dosée par une solution de soude en présence de phénolphtaléïne. Il est ainsi possible de tracer une courbe d'acidité en fonction du volume élué. Cette courbe présente des pics correspondants aux éventuels acides présents dans le liquide.

Auparavant la résine a été testée par un mélange de solutions pures d'acide citrique, lactique, malique, tartrique. Les zones de passage trouvées sont les suivantes : acide lactique : 25 à 50 cm³ d'effluent; acide malique, 117 à 217 cm³; acide citrique, 217 à 400 cm³, acide tartrique, au delà de 400 cm³.

La concordance dans les diagrammes d'élution des acides en solutions pures et des acides contenus dans le milieu étudié assure l'identification des produits élués. En outre, une chromatographie sur papier selon la technique de P. RIBEREAU-GAYON (22) vient confirmer la nature des acides trouvés.

j) - Dosage de l'acide ascorbique dans les jus de cassis.

L'acide ascorbique a été dosé par la méthode classique à l'aide d'une technique de TILLMANS (23) sur des échantillons de jus prélevés au cours de la transformation technologique du cassis.

Rappelons que la méthode est basée sur la réduction en leucodérivé du 2,6 dichlorophénol-indophénol par l'acide ascorbique en milieu tamponné. L'emploi de ce réactif dans des limites de temps précises permet d'éliminer les autres réducteurs éventuellement présents dans le milieu réactionnel. En effet seul, l'acide ascorbique décolore le 2,6 dichlorophénol-indophénol en moins de 15 secondes.

Les liquides dans lesquels nous désirions doser l'acide ascorbique ont été dilués dans une solution tampon acétique de manière à respecter les caractéristiques de la technique et notamment les concentrations recommandées :

A 5 cm³ de substrat dilué on ajoute 1 cm³ de solution extemporanée de dichlorophénol-indophénol préparée en milieu tampon phosphate de potassium et soude. On procède alors le plus rapidement possible (entre 15 à 30 secondes) à une mesure photolorimétrique pour une longueur d'onde de 5.300 ⁰ Å. Une courbe de référence obtenue avec des solutions de vitamine C de concentration connue et tamponnée par du phosphate de potassium permet de déterminer le taux d'acide ascorbique.

8.- Expression des résultats - Notion de rendement.

Plusieurs auteurs ont déjà effectués des analyses sur les fruits de cassis et leurs dérivés; mais le plus souvent sans détailler suffisamment le protocole de leur méthode et

en rapportant leurs résultats en fonction du but précis de leur travail. Il en résulte qu'il n'existe que peu de liens entre les résultats déjà obtenus pour lesquels il est difficile de faire des recoupements, soit entre eux, soit avec les nôtres.

Seul un petit nombre d'auteurs ont apporté les précisions nécessaires à une bonne utilisation de leurs travaux. Citons en particulier ceux de KOCH et ZEYEN ⁽²⁴⁾ en 1957, portant sur un "jus mère" obtenu à partir de cassis de l'espèce "Boscoop Giant" chauffés à la vapeur et dépectinisés dans des conditions identiques à celles que nous avons pratiquées. Le jus représentant 85 % environ du fruit frais mis en oeuvre. Des analyses détaillées du jus mère, de l'extrait du marc repris par l'eau et de leur mélange ont été effectuées.

Afin d'éviter une disparité préjudiciable à l'exploitation des résultats, nous avons exprimé tous les dosages par rapport à 100 grammes d'échantillons prélevés, sans dessiccation préalable.

Ce mode d'expression, que nous croyons nouveau, rend possible des comparaisons intéressantes. Il offre en outre l'avantage d'envisager ce travail sous un double aspect, puisque le terme ultime de la fabrication du jus correspond à un rendement de 100 %, c'est à dire que la quantité de jus élaborée à la fin du circuit doit être égale au poids

total du cassis mis en oeuvre. Ce résultat s'obtient par addition d'eau au moment du deuxième pressurage comme nous le verrons au Chapitre III, sous réserve légale que la densité soit au moins égale à 1,050. En outre il assure une transition logique entre l'étude de la grappe et celle du jus.

En effet, nous avons suivi dans une phase préliminaire, les variations des éléments botaniques du fruit. Nous connaissons les proportions respectives de rafle, de pellicule, de pulpe comprenant les pépins. Il nous est facile de calculer les quantités des constituants chimiques présents dans 100 grammes de grappe fraîche.

Néanmoins, il semble utile de préciser que certains intermédiaires, à partir de l'obtention du jus de première presse, correspondent à un pourcentage de fruits pressés assez fluctuant. S'il est possible de connaître le rendement en jus de première presse (60 à 65 %) et la quantité d'eau chaude nécessaire à la macération préalable du marc provenant du presseoir hydraulique, l'importance des dépôts de centrifugation et de décantation ainsi que la quantité de marcs ne peuvent pas être évalués avec précision.

DEUXIEME PARTIE

Etude du fruit.

I. ETUDE DE L'EVOLUTION DES ELEMENTS BOTANQUES DE LA GRAPPE.-

(Rafle, Pellicule, Pulpe, Baie).

Dès le début de la formation de la grappe nous constatons que la rafle constitue le 1/10 du poids du fruit entier. Mais très rapidement la proportion devient plus modeste. En effet, alors que quelques fleurs fanées subsistent encore, la quantité de rafle que nous avons évaluée diminue en quelques jours de moitié pour n'être plus que 1,5 % au moment de la maturité. Seule la partie comestible du fruit qui constitue la majeure partie de la grappe est en constante progression.

La rafle est donc un élément minime de la grappe. Cette constatation ne veut pas dire que, du point de vue chimique, elle n'apporte pas proportionnellement une quantité notable d'éléments minéraux et qu'elle ne joue aucun rôle dans la technologie du jus de fruit. Au contraire, sa consistance ligneuse est utile au cours du broyage des baies et l'éraflage n'est pas souhaitable.

Les autres éléments botaniques de la grappe, pellicule et pulpe, évoluent aussi. Mais les variations sont

moins marquées. Dès la formation des fruits la pellicule entre pour les deux tiers environ dans la constitution des baies. Il faut attendre la véraison située, aux environs du 18 Mai 1961, pour que la pulpe représente la partie prépondérante du cassis, sans permettre toutefois de renverser les données initiales.

Ces constatations sont les mêmes dans trois exploitations tandis que des perturbations météorologiques sont responsables d'un résultat différent pour la quatrième.

Les quatre tableaux suivants correspondent aux quatre exploitations dans lesquelles les prélèvements ont été faits. Deux valeurs à chaque date : la première représente la quantité de rafle par rapport à la grappe entière fraîche, la seconde la quantité de baie. Dès le troisième prélèvement la dissociation de la pellicule et de la pulpe étant réalisable dans des conditions aisément reproductibles, nous pouvons évaluer leurs proportions, exprimées en pourcentage de la grappe entière fraîche.

Exploitation "A"

Dates 1951	17/4	2/5	9/5	16/5	24/5	1/6	8/6	21/6	27/6
Rafle/Grappe	11,2	4,2	3	1,95	1,86	1,28	1,09	0,89	1,08
Baie/Grappe	88,8	95,8	97	98,04	98,14	98,72	98,91	99,11	98,91
Pelliole/Grappe		60,1	57,4	59,64	57,44	57,72	56,41	55,81	47,41
Pulpe/Grappe		35,7	39,6	38,4	40,7	41	42,5	43,3	51,5

Exploitation "B"

Dates 1951	17/4	24/4	2/5	9/5	16/5	24/5	1/6	8/6	21/6	27/5
Rafle/Grappe	10,5	6,1	5,57	3,56	2,36	1,96	1,94	1,53	0,89	1,32
Baie/Grappe	89,5	93,9	94,43	95,44	97,54	98,04	98,06	98,47	99,11	98,58
Pelliole/Grappe		65	64,43	61,24	63,44	64,54	52,26	49,77	47,21	44,78
Pulpe/Grappe		27,9	30	35,2	34,2	33,5	45,8	48,8	51,9	53,9

Les proportions des différents éléments botaniques de la grappe sont évalués en pourcentage de la grappe entière fraîche.

Exploitation "C"

Dates 1961	17/4	26/4	5/5	12/5	18/5	25/5	2/6	15/6	27/6
Rafle/Grappe	9,7	4,9	3,93	2,9	2,66	1,96	1,73	1,28	1,10
Baie/Grappe	90,3	95,1	95,07	97,1	97,34	98,04	98,27	98,72	98,90
Pellicule/Grappe	66	65	57,17	54,9	55,54	50,84	50,37	43,72	44,80
Pulpe/Grappe	24,3	30,1	38,9	42,2	41,8	47,2	47,9	55	54,1

Exploitation "D"

Dates 1961	17/4	26/4	5/5	12/5	18/5	25/5	2/6	16/6	27/6
Rafle/Grappe	10,7	4,75	3,52	2,9	2,28	1,77	1,72	1,50	1,21
Baie/Grappe	89,3	95,25	96,48	97,1	97,72	98,23	98,28	98,50	98,79
Pellicule/Grappe	65,5	64	63,8	62,2	59,72	54,83	51,88	41	50,69
Pulpe/Grappe	23,8	31,25	32,6	34,9	38	43,4	46,4	57,5	48,1

Les proportions des différents éléments botaniques de la grappe sont évaluées en pourcentage de la grappe entière fraîche.

II. ANALYSES.

1.- Interprétation des résultats calculés par rapport à 100 grammes de chacun des éléments botaniques du fruit pendant la maturation.-

Ces résultats sont exprimés dans les tableaux Nos I A, I B, I C, I D, II A, II B, II C, II D.

Les 4 premiers sont relatifs aux taux d'extrait sec de cendres et d'alcalinité des cendres. Les 4 suivants sont relatifs aux constituants minéraux. Ils appellent les commentaires suivants.

a) - Rafle.

Les teneurs en extrait sec total augmentent progressivement au fur et à mesure de la croissance du fruit. Les premiers prélèvements nous apprennent que la rafle contient une proportion d'extrait sec total supérieure à celle des autres parties de la grappe.

Parallèlement les taux de cendres augmentent. Nous remarquons cependant qu'ils sont sensiblement 10 fois plus faibles que les taux d'extrait sec total. Les grappes cueillies sur les plants variété "Noir de Bourgogne" plus âgés que les plants "Royal de Naples" semblent plus riches en matières minérales. L'augmentation enregistrée retentit normalement sur les alcalinités des cendres.

Mais nous ne sommes pas renseignés sur les variations particulières de chaque constituant chimique étudié. Si les cendres représentent la richesse minérale globale l'évolution intime des éléments minéraux qui les constituent peut ne pas être le reflet de celle des cendres. Un déséquilibre peut au contraire être mis en évidence par l'étude détaillée que nous exposons maintenant.

Les teneurs en sodium et en potassium sont très différentes. La présence du sodium est très modeste, tandis que nous trouvons des quantités de potassium assez considérables puisqu'elles représentent 40 à 50 % environ du taux de cendres. La proportion de cet élément est en progression lente tandis que les taux de sodium sont stationnaires.

Les teneurs en calcium sont assez importantes et homogènes puisque pour les échantillons prélevés aux mêmes dates elles sont voisines. Elles varient du simple au double et semblent suivre une augmentation semblable à celle du potassium. Le magnésium est en proportion plus faible, mais subit aussi une accumulation sensible.

Les taux de fer au contraire s'amenuisent légèrement au cours du développement de la grappe, ainsi que les teneurs en cuivre, qui cependant, sont relativement stables dans les sept premiers prélèvements.

Les taux de chlorures sont assez élevés dans les quatre séries d'échantillons, puisque nous dosons des quantités voisines de 100 milligrammes pour 100 grammes de

produit frais. Mais il ne semble pas qu'il y ait une augmentation très marquée. Au contraire quelques dosages montrent une alternance de valeurs plus ou moins élevées.

La remarque précédente s'applique aussi aux proportions de sulfates dosées. En effet la présence des sulfates, supérieure à celle des chlorures ne subit pas de progression régulière et constante. Toutefois, à travers les dosages nous décelons une tendance à l'accumulation.

Les quantités dosées de phosphates sont importantes; c'est après le potassium le constituant principal. Dès la formation de la grappe nous trouvons des teneurs assez élevées qui augmentent.

b) - Pellicule.

Les taux d'extrait sec total des pellicules, uniformes dans tous les échantillons sont assez stables pendant toute la période de la croissance des fruits. Mais au cours des derniers jours précédant la récolte qui correspond à la maturité industrielle, la quantité de matière sèche est supérieure à la teneur moyenne que nous avons trouvée pendant tout le temps de l'expérimentation.

La richesse en cendres et leur alcalinité qui montrent que la pellicule est moins riche en matières minérales que la rafle diminuent peu à peu. 100 grammes de pellicule fraîche contiennent, dès la formation du fruit, moins de substances minérales que 100 grammes de rafle.

La baisse, signalée au paragraphe précédent, assez accentuée ne se répercute pas sensiblement sur les teneurs en potassium qui semblent assez stables, ainsi que les quantités très faibles de sodium.

Le calcium et, à des doses inférieures, le magnésium suivent une évolution semblable à celle des cendres.

Les taux de fer au moins égaux à ceux que nous avons dosés dans la rafle s'abaissent, il faut attendre la véraison pour enregistrer une diminution sensible. Toutefois celle-ci n'est pas uniforme et nous devons signaler que l'exploitation C plantée en variété "Royal de Naples" a fourni une série de prélèvements dont la richesse en fer est relativement constante. Nous dosons dans la pellicule des quantités de cuivre toujours infimes. Mais une certaine discontinuité dans les résultats obtenus permet de penser que les doses anormalement élevées à certaines dates ont pour cause un enrichissement du à un apport extérieur. Les anions suivent une variation identique à celle des cations.

Les taux de chlorures sont hétérogènes dans les quatre séries d'échantillons tandis que la présence des sulfates et des phosphates relativement importante au début de l'expérience devient de plus en plus modeste.

Donc, pour la pellicule, pas d'accumulation, mais au contraire, une baisse lente au départ, qui s'accélère dès la véraison. Cette diminution nette est ~~liée à la~~

liée à la dilution provoquée au cours de la croissance et de la différenciation de la pellicule. Ces phénomènes provoquent non une perte de la teneur en substances minérales présentes dans la pellicule, mais un ralentissement certain dans les échanges et les fixations possibles à l'intérieur de la plante.

c) - Pulpe.

L'extrait sec total contenu dans la pulpe qui s'enrichit en sucre au cours de la maturation est en progression constante jusqu'à la récolte.

La pulpe comprenant les pépins est la partie du fruit la moins riche en substances minérales puisqu'elle donne les proportions de cendres les plus faibles. En effet, la rafle au début de l'expérimentation contient une teneur moyenne en cendres voisine de 2 grammes pour 100 grammes d'échantillon étudié, la pellicule 1,5 gramme environ, la pulpe en moyenne 1 gramme. Mais l'évolution de ces moyennes sont contradictoires puisque à l'enrichissement de la rafle correspond un abaissement peu accentué du taux de matières minérales provoqué par la dilution due à la croissance de la pulpe. Les alcalinités des cendres diminuent très légèrement.

La quantité de sodium est très faible et paraît stationnaire, tandis que celle du potassium, en proportions beaucoup plus importantes, diminue peu à peu.

Les taux de calcium assez élevés dès la formation des baies diminuent assez rapidement, puis se stabilisent autour des valeurs voisines de la moitié des teneurs initiales.

Les quantités de magnésium sont stables, malgré quelques dosages qui montrent que certains échantillons sont anormalement riches en cet élément. Toutefois les prélèvements provenant d'une exploitation plantée en variété "Noir de Bourgogne" sont de plus en plus riches en magnésium au cours du développement du fruit.

Les proportions de fer sont assez stables, tandis que le cuivre est présent à des doses très faibles.

Les chlorures, dont la présence est inégale dans les échantillons prélevés à la même date, varient irrégulièrement. Les sulfates et les phosphates en quantité plus importante suivent une évolution identique.

d) - Baie.

Il nous a paru intéressant d'étudier, en vue de comparaisons les variations de la composition chimique de la baie entière.

Les teneurs en matière sèche voisines au début du développement du fruit de celles de ses éléments botaniques dissociés, augmentent lentement jusqu'au moment de la récolte, où nous assistons à un accroissement très sensible, de l'ordre de 25 %, du taux d'extrait sec en quelques jours.

Les taux de cendres varient lentement. Toutefois nous devons signaler qu'à la baisse enregistrée jusqu'au moment de la véraison, située vers le 18 mai 1961, succèdent des quantités de cendres qui semblent indiquer une stabilisation relative dans la proportion des matières minérales contenues dans les baies entières, sauf dans les échantillons de l'espèce "Royal de Naples" prélevés dans l'exploitation "C" où la baisse constatée se poursuit.

Les variations des alcalinités des cendres sont semblables à celles des cendres.

Les taux de sodium toujours très faibles sont relativement constants, tandis que la quantité de potassium beaucoup plus importante ne subit pas de modifications sensibles et se stabilise autour de 300 mg pour 100 grammes d'échantillon frais.

Les quantités de calcium et de magnésium assez hétérogènes diminuent légèrement au cours du développement du fruit, mais les teneurs en ces éléments sont assez variables d'un échantillon à l'autre.

Les taux de fer importants au moment de la formation de la baie vont en diminuant tandis que la présence du cuivre est toujours discrète.

Les dosages des chlorures nous ont fournis des résultats comparables à ceux que nous avons obtenus lors de l'analyse des échantillons de pulpe. Les variations des teneurs en sulfates et en phosphates sont semblables à celles qui ont été enregistrées au cours de l'étude de la pulpe et de la pellicule.

Tableau N° 1 A

Année 1961 - Variété "Noir de Bourgogne"

Les taux d'extrait sec et de cendres sont exprimés
en gramme pour 100 grammes d'élément botanique frais,

l'alcalinité des cendres en gramme d'ion carbonate
pour 100 grammes d'élément botanique frais.

Dates	Nature	Extrait sec	Cendres	Alcalin des cen
24/4	Rafle	25,5	2,37	0,78
	Pellicule	14,2	1,20	0,42
	Pulpe	12,6	1,02	0,26
	Baies	14	1,07	0,34
2/5	Rafle	27	2,40	0,69
	Pellicule	15,8	1,17	0,41
	Pulpe	14,6	0,97	0,24
	Baies	15	1,11	0,39
9/5	Rafle	29,5	2,86	0,86
	Pellicule	14,5	1,23	0,36
	Pulpe	15	0,95	0,26
	Baies	15	1,10	0,34
16/5	Rafle	30,4	2,80	0,93
	Pellicule	14,7	1,00	0,35
	Pulpe	16,2	0,88	0,29
	Baies	17,2	0,97	0,33
24/5	Rafle	35,7	3,34	1,03
	Pellicule	15,6	1,01	0,36
	Pulpe	17,8	1,02	0,27
	Baies	17	0,97	0,32
1/6	Rafle	32,5	3,68	1,17
	Pellicule	16,4	0,81	0,30
	Pulpe	18,3	0,78	0,24
	Baies	17,1	0,85	0,30
8/6	Rafle	32,5	3,34	1,05
	Pellicule	18,9	1,01	0,32
	Pulpe	18,4	0,86	0,27
	Baies	24,8	0,91	0,26
21/6	Rafle	35,5	4,02	1,33
	Pellicule	20,1	0,91	0,31
	Pulpe	19,2	0,70	0,23
	Baies	13,3	0,77	0,23
27/6	Rafle	39,8	4,40	1,45
	Pellicule	22	0,97	0,34
	Pulpe	21,3	0,70	0,32
	Baies	27,5	0,99	0,27

Tableau N° I B

Année 1961 - Variété "Noir de Bourgogne"

Les taux d'extrait sec et de cendres sont exprimés
en gramme pour 100 grammes d'élément botanique frais,

l'alcalinité des cendres en gramme d'ion carbonate
pour 100 grammes d'élément botanique frais.

Dates	Nature	Extrait sec	Cendres	Alcalinité des cendres
18/4	Rafle	27,3	2,08	0,675
	Baies	17,4	1,72	0,606
24/4	Rafle	28,8	1,91	0,618
	Pellicule	16,5	1,29	0,483
	Pulpe	13,2	0,97	0,333
	Baies	13,4	1,11	0,321
2/5	Rafle	29	2,32	0,690
	Pellicule	15,6	1,12	0,363
	Pulpe	14,7	0,95	0,309
	Baies	15	1,02	0,369
9/5	Rafle	29,4	-	-
	Pellicule	16,5	1,15	0,300
	Pulpe	16,5	0,82	0,264
	Baies	16,25	0,96	0,330
16/5	Rafle	34,1	2,50	0,870
	Pellicule	15,3	0,94	0,351
	Pulpe	15,8	0,77	0,204
	Baies	19,5	0,94	0,330
24/5	Rafle	36,5	2,65	0,918
	Pellicule	15,7	0,92	0,324
	Pulpe	17,5	0,78	0,261
	Baies	17,3	0,84	0,273
1/6	Rafle	30,6	2,25	0,672
	Pellicule	18,4	0,95	0,315
	Pulpe	18,6	0,69	0,231
	Baies	17,4	0,72	0,231
8/6	Rafle	37,6	2,80	0,930
	Pellicule	22,2	1,18	0,360
	Pulpe	18,3	0,74	0,246
	Baies	22,4	0,83	0,336
21/6	Rafle	39,1	3,35	1,080
	Pellicule	22,2	0,98	0,294
	Pulpe	21	0,68	0,207
	Baies	20,9	0,92	0,228
27/6	Rafle	38,3	3,03	0,986
	Pellicule	22	0,99	0,339
	Pulpe	21,1	0,88	0,267
	Baies	28,7	0,78	0,270

Tableau N° I C

Année 1961 - Variété "Royal de Naples"

Les taux d'extrait sec et de cendres sont exprimés en gramme pour 100 grammes d'élément botanique frais,

l'alcalinité des cendres en gramme d'ion carbonate pour 100 grammes d'élément botanique frais.

Dates	Nature	Extrait sec	Cendres	Alcalinité des cendres
17/4	Rafle	24,1	1,55	0,444
	Pellicule	15,6	1,40	0,294
	Pulpe	-	-	-
	Baies	14,5	1,35	0,397
26/4	Rafle	29	1,89	0,504
	Pellicule	15,3	1,20	0,357
	Pulpe	14,6	1,05	0,219
	Baies	14,5	1,15	0,282
5/5	Rafle	30,5	1,86	0,495
	Pellicule	14,7	1,22	0,354
	Pulpe	15,8	0,93	0,240
	Baies	15,1	1,04	0,279
12/5	Rafle	33	1,88	0,510
	Pellicule	16,6	1,18	0,333
	Pulpe	18,7	0,86	0,249
	Baies	17,3	1,12	0,327
18/5	Rafle	30,5	1,95	0,600
	Pellicule	14,6	0,98	0,312
	Pulpe	17,5	0,78	0,207
	Baies	15,8	0,95	0,285
25/5	Rafle	30,7	1,95	0,651
	Pellicule	13,7	0,86	0,255
	Pulpe	19,4	0,88	0,321
	Baies	16,7	0,92	0,267
2/6	Rafle	31,8	2,01	0,528
	Pellicule	16,9	1,04	0,279
	Pulpe	21	0,81	0,165
	Baies	18,8	0,85	0,234
16/6	Rafle	41,6	2,30	0,846
	Pellicule	17,8	1,11	0,255
	Pulpe	20	0,75	0,192
	Baies	23,6	0,83	0,225
27/6	Rafle	32	2,49	0,753
	Pellicule	22,2	1,06	0,294
	Pulpe	21,7	0,72	0,210
	Baies	22,6	0,78	0,240

Tableau N° I D

Année 1961 - Variété "Royal de Naples"

Les taux d'extrait sec et de cendres sont exprimés
en gramme pour 100 grammes d'élément botanique frais,

l'alcalinité des cendres en gramme d'ion carbonate
pour 100 grammes d'élément botanique frais.

Dates:	Nature	Extrait sec:	Cendres	Alcalinité des cendres
17/4	Rafle	25,6	1,80	0,597
	Pellicule	19,4	1,80	0,573
	Pulpe	17,8	1,50	0,357
	Fleurs-Fruits	14,7	1,35	0,432
26/4	Rafle	31,7	2,17	0,654
	Pellicule	16,1	1,20	0,363
	Pulpe	14,2	0,90	0,243
	Baies	16,4	1,23	0,396
5/5	Rafle	30,2	2,06	0,687
	Pellicule	15,1	1,29	0,387
	Pulpe	15,1	0,85	0,225
	Baies	16	1,10	0,390
12/5	Rafle	30,9	2,11	0,660
	Pellicule	15,2	1,14	0,351
	Pulpe	17,5	0,98	0,288
	Baies	15,8	-	-
18/5	Rafle	32,2	2,17	0,780
	Pellicule	15,5	1,12	0,363
	Pulpe	17,2	0,86	0,306
	Baies	14,8	1,05	0,339
25/5	Rafle	32,4	2,06	0,723
	Pellicule	15,8	1,09	0,360
	Pulpe	18	0,84	0,213
	Baies	17,3	0,85	0,300
2/6	Rafle	35,8	2,40	0,758
	Pellicule	17,3	0,95	0,285
	Pulpe	20,2	0,76	0,201
	Baies	18,5	0,79	0,261
16/6	Rafle	37,6	2,99	1,035
	Pellicule	21,3	1,17	0,342
	Pulpe	22,2	0,80	0,240
	Baies	20,7	0,86	0,282
27/6	Rafle	28	2,70	0,972
	Pellicule	23,7	1,06	0,324
	Pulpe	23,3	0,79	0,249
	Baies	23,6	0,86	0,261

Dates	Nature	Na	K	Ca
24/4	Rafle	17	790	76
	Pellicule	25	330	95
	Pulpe	17	320	54
	Baies	10	350	60
2/5	Rafle	9	855	74
	Pellicule	20	430	65
	Pulpe	20	340	42
	Baies	12	370	52
9/5	Rafle	18	1100	110
	Pellicule	14	400	74
	Pulpe	10	325	85
	Baies	12	330	69
16/5	Rafle	13	1060	71,5
	Pellicule	12	320	65
	Pulpe	12	270	47
	Baies	10	400	75
24/5	Rafle	9	1280	112
	Pellicule	15	405	57
	Pulpe	7	335	60
	Baies	8	360	67
1/6	Rafle	5	1420	106
	Pellicule	7	310	42
	Pulpe	9	272	24
	Baies	5	380	20
8/6	Rafle	12	1310	172
	Pellicule	5	370	44
	Pulpe	5	320	35
	Baies	7	380	47
21/6	Rafle	14	1660	160
	Pellicule	4	330	21
	Pulpe	4	250	40
	Baies	5	320	46
27/6	Rafle	19	1820	136
	Pellicule	7	360	38
	Pulpe	8	360	45
	Baies	8	410	36

Tableau n° II A - Année 1961 - variété "Noir de Bourgogne"

Les résultats sont exprimés en milligramme pour 100 gram

Mg	Fe	Cu	Cl	SO	PO		
53	4,1	0,284	87,2	I65	434		
51	4,3	0,335	I6,2	52	213		
22	4	0,360	4I,1	76	300		
31	4,6	0,290	IO,5	62	252		
35,5	4,2	0,220	58,5	I43	510		
38	3,1	0,353	I2,1	57	210		
I3,2	4,7	0,213	34,6	58	255		
28	3,25	0,210	8,9	83	I59		
I07,5	2,5	0,255	7I	I82	457		
45	3,4	0,307	9,2	85	249		
I2	4,7	0,255	9,4	27	240		
33	3,5	0,302	IO	II0	I52		
37,5	3,1	0,268	72	237	455		
29	3,3	0,312	I5,8	57	I50		
I4	2,6	0,324	25,3	25	234		
I6,5	2,3	0,200	6,4	35	I50		
53,5	2,8	0,218	82	I97	660		
I5	2,3	0,300	9,5	39	I23		
I8	3,4	0,173	7,9	I9	255		
26	2,8	0,305	IO,4	54	I74		
98	1,6	0,228	55	223	558		
33	2,1	0,225	I2,5	25	I35		
29	2,5	0,230	IO,8	I7	I62		
8	2,3	0,229	9,07	48	I50		
7I	2	0,213	95	I82	410		
67	1,8	0,270	I9,1	37	I38		
29	2,2	0,174	7,3	23	I50		
11,5	1,7	0,250	5,4	52	I23		
75	2	0,155	88	I89	55I		
44	2,4	0,175	I2	29	I38		
27	2,05	0,127	2,74	26	I56		
9,1	1,35	0,110	8,5	31	I25		
56	1,8	0,154	79	225	570		
39	1,5	0,140	I8,5	I7	I23		
33	1,8	-	-	-	I7I		
9,3	1,15	0,120	9,2	49	I74		

Dates	Nature	Na	K	Ca
18/4	Rafle	15	805	42,5
	Baies	15	450	100
24/4	Rafle	12	710	53,5
	Pellicule	18	310	104
	Pulpe	10	240	53
	Baies	18	255	72
2/5	Rafle	17	875	76
	Pellicule	15	330	78
	Pulpe	12	320	68
	Baies	12	310	48
9/5	Rafle	-	-	-
	Pellicule	20	350	52
	Pulpe	7	300	47
	Baies	10	315	51
15/5	Rafle	9	1025	68
	Pellicule	15	340	35
	Pulpe	5	240	32
	Baies	15	315	40
24/5	Rafle	13	1035	71,5
	Pellicule	10	315	40
	Pulpe	8	250	37
	Baies	10	310	37
8/6	Rafle	19	1120	108,5
	Pellicule	15	435	28
	Pulpe	10	300	41
	Baies	12	280	32
21/6	Rafle	12	1380	129,5
	Pellicule	15	365	30
	Pulpe	4	210	53
	Baies	10	360	39
27/6	Rafle	14	1245	109
	Pellicule	12	320	37
	Pulpe	5	325	47
	Baies	12	320	41

Tableau n° II B - Année 1961 - variété "Noir de Bourg

Les résultats sont exprimés en milligramme pour 100 g

Mg	Fe	Cu	Cl	SO	PO
38	4	0,179	54	84	256
63	8,3	0,394	26,2	85	384
52	4,4	0,223	49,6	126	346
42	3,7	0,475	19	80	288
47	5,4	0,332	21,2	59	210
48	5,1	0,317	19,8	72	288
74	5,3	0,255	61,6	143	316
30	4,8	0,328	19,7	76	240
29	5,4	0,273	19,4	41	214
36	2,8	0,260	14,3	80	198
-	-	-	-	-	-
35	5,1	0,283	42,6	60	305
36	5	0,277	23,2	25	129
50	4,3	0,163	12,1	53	174
68	4	0,269	120	137	288
30	3	0,200	10,8	45	192
35	5	0,197	21,2	34	213
46	4,2	0,253	11,3	67	192
87	3,1	0,251	153	129	248
30	3	0,290	17,9	30	213
38	3,5	0,281	11,8	22	222
32	3	0,213	9,1	39	168
I07	3,4	0,283	106,4	130	316
23	3,3	0,310	23,7	79	270
I6	3	0,229	5,7	17	156
I7	2,1	0,210	9,9	42	168
78	2,4	0,203	128	128	466
I8	3,2	0,320	29,5	59	183
28	2,4	0,260	2,1	29	174
20	1,50	0,250	12,6	39	180
85	1,80	0,184	98,4	93	436
25	2,50	0,143	27,7	63	138
20	2,30	0,233	8,8	33	144
23	1,50	0,190	12,7	23	150

ne"

mmes d'élément botanique frais.

Dates	Nature	Na	K	Ca
17/4	Rafle	27	608	81
	Pellicule	19	372	128
	Pulpe	19	328	121
	Baies	9	401	80
26/4	Rafle	23	652	117
	Pellicule	13	404	108
	Pulpe	17	369	127
	Baies	12	371	94,5
5/5	Rafle	18	578	100
	Pellicule	21	412	85
	Pulpe	10	343	95
	Baies	7	285	66
12/5	Rafle	13	518	140
	Pellicule	10	408	68,5
	Pulpe	12	327	73
	Baies	14	364	53
18/5	Rafle	28	620	147
	Pellicule	12	327	81
	Pulpe	3	289	74
	Baies	8	273	64,5
25/5	Rafle	17	598	157
	Pellicule	16	219	76
	Pulpe	11	266	82
	Baies	10	306	56
2/6	Rafle	19	564	122
	Pellicule	9	309	78
	Pulpe	8	283	65
	Baies	12	301	30,3
16/6	Rafle	29	988	148
	Pellicule	11	287	21
	Pulpe	8	228	24
	Baies	10	273	27
27/6	Rafle	15	780	174
	Pellicule	10	296	28
	Pulpe	5	237	36
	Baies	7	278	36

Tableau n° II C - Année 1961 - variété "Royal de Naples"
 Les résultats sont exprimés en milligramme pour 100 g

Mg	Fe	Cu	Cl	S0	PO
39	4	0,290	39	I29	332
80	9,1	0,246	28	I78	358
41	4	0,282	22	I38	286
66	5,5	0,208	23,8	I47	326
53	4,5	0,160	53,3	I95	268
44	4,4	0,225	27,6	I93	268
32	3,5	0,202	26	I47	I92
41,5	3,3	0,187	15,1	I33	260
50	3,8	0,132	47	211	264
27	3,6	0,210	30	I27	234
28	2,9	0,160	19,3	111	I64
35	2,9	0,256	18,1	I21	242
59	2,7	0,121	54,9	203	316
20,5	3,1	0,125	25	80	232
35	3,2	0,290	27,8	83	I54
35	2,6	0,189	21,4	99	242
36	3,3	0,156	43,5	I62	238
55	3,6	0,172	31	87	206
38	3,6	0,184	25,2	97	I44
44	3,3	0,212	20	90	242
63	2,5	0,173	49,3	I88	228
21,5	4	0,142	26	72	I86
42	2,3	0,114	I8	62	I70
34	1,9	0,150	15,9	55	218
I 74	1,4	0,215	29,6	212	296
21	4	0,141	27,5	54	226
38	2	0,116	I6	39	I64
36	1,9	0,109	21,7	46	218
53	1,7	0,245	94	236	428
22	3,5	0,130	37,5	38	218
I6	2,3	0,117	I2,6	I8	I62
23	1,5	0,115	28	63	202
84	1,7	0,200	II5	I98	472
21	2,8	0,167	27,3	42	I98
22	1,6	0,117	7,2	22	94
I7	1,4	0,114	I6,8	28	I94

les"

grammes d'élément botanique frais.

Dates	Nature	Na	K	Ca
17/4	Rafle	15	815	72
	Pellicule	19	646	92
	Pulpe	15	420	128
	Baies	16	475	128
26/4	Rafle	9	837	103
	Pellicule	12	370	85
	Pulpe	20	180	92
	Baies	9	410	124
5/5	Rafle	12	895	72
	Pellicule	7	405	115
	Pulpe	22	175	88
	Baies	7	370	110
12/5	Rafle	19	960	82
	Pellicule	9	360	76
	Pulpe	15	290	105
	Baies	-	-	-
18/5	Rafle	12	900	87
	Pellicule	12	355	82
	Pulpe	7	295	60
	Baies	9	340	76
25/5	Rafle	7	815	108
	Pellicule	4	410	60
	Pulpe	4	280	45
	Baies	12	290	43
2/6	Rafle	21	1000	117
	Pellicule	4	340	60
	Pulpe	9	285	38
	Baies	10	280	52
16/6	Rafle	18	1160	138
	Pellicule	7	420	75
	Pulpe	7	315	42
	Baies	7	310	58
27/6	Rafle	12	1085	110
	Pellicule	5	390	62
	Pulpe	6	320	35
	Baies	4	325	57

Tableau n° II D - Année 1961 - variété "Royal de Naples"
 Les résultats sont exprimés en milligramme pour 100 gr

Mg	Fe	Cu	Cl	SO ⁴	PO ⁴
47	3,9	0,141	45,2	112	145
37	13,2	0,480	48	109	384
29	4,7	0,177	20,5	84	303
32	5,1	0,210	29,2	53	252
36	2,7	0,153	73,5	177	310
25	6,7	0,290	50,3	70	240
30	3,2	0,162	14,8	45	318
25,2	3	0,192	25,6	87	210
52	2,15	0,170	61	149	238
27	6,4	0,295	27,9	63	243
20	2,7	0,155	16,2	47	315
25,3	3	0,186	29,2	59	204
48	2,7	0,150	50	183	220
22	6,6	0,221	32	59	216
24	3,1	0,156	26	89	245
-	-	-	-	-	-
46	3,05	0,152	47,5	156	172
35	6	0,053	27	52	204
15	2	0,118	4,6	23	231
23	2,9	0,172	17,8	57	192
66	2,9	0,230	63,5	201	176
25	3	0,218	28,3	63	185
17	2,3	0,232	20,2	32	252
15	3	0,184	16,5	38	183
70	2,35	0,156	85	180	208
25	3	0,145	23,5	63	186
22	1,91	0,101	11,4	47	222
20	2,6	0,133	15,1	77	147
74	2	0,115	84	224	296
30	2,5	0,163	54,4	70	216
19	1,35	0,127	12,8	30	216
22	2	0,182	24,3	49	153
68	1,6	0,116	51	197	380
24	2,1	0,127	21,6	40	270
15	1,1	0,103	14,4	21	144
23	1,38	0,080	18,6	57	192

mmes d'élément botanique frais.

2.- Interprétation des résultats rapportés à 100 grammes de grappe fraîche pendant la maturation.-

Dans ce qui suit nous avons transformé les résultats précédents de façon à les rapporter à 100 grammes de grappe fraîche, compte tenu des proportions de rafle, de pellicule, de pulpe et de baies contenues dans ces 100 grammes. Cette présentation conduit à des conclusions qui en apparence sont quelquefois contradictoires avec les précédentes. Elle s'exprime dans les tableaux : III A, III B, III C et III D en ce qui concerne l'extrait sec total, les cendres et leur alcalinité et dans les tableaux IV A, IV B, IV C et IV D en ce qui concerne les constituants minéraux. Ils appellent les commentaires suivants :

a) - Rafle.

Les teneurs en extrait sec total sont naturellement plus faibles que celles que nous avons rassemblées dans la série de tableaux I A, I B, I C et I D. Mais cette remarque ne doit pas nous dissimuler la tendance véritable qui se dégage pendant la période de maturation. La quantité d'extrait sec total contenu dans la rafle de 100 grammes de grappe fraîche diminue et varie sensiblement dans le sens opposé à celui que nous avons mentionné lors de l'interprétation des résultats concernant les dosages relatifs à l'analyse de 100 grammes de rafle.

Les teneurs en cendres et les alcalinités des cendres faibles, suivent une variation identique à celle des taux d'extrait sec.

La contribution du pourcentage de rafle, compte tenu de son évolution au cours de la croissance de la grappe, à la richesse en substances minérales du fruit entier frais est en diminution. Nous devons toutefois souligner les baisses assez accentuées lors de l'analyse des premiers prélèvements. Elles précèdent une atténuation légère de la tendance enregistrée du 17 Avril au 16 Mai 1961, pendant la deuxième partie des expériences, du 24 Mai au 27 Juin, jour de la cueillette. Cependant, cette remarque ne s'applique pas aux variations des taux de phosphates.

b) - Pellicule.

Les teneurs en extrait sec total des pellicules sont assez homogènes dans tous les échantillons et leurs variations sont pratiquement très faibles.

La participation de la proportion des pellicules à la richesse en cendres de 100 grammes de grappe en diminution semble la plus importante pendant le développement du fruit entier.

L'alcalinité des cendres suit une variation identique à la tendance précédente.

Les taux de tous les éléments minéraux évalués diminuent insensiblement. En effet, l'analyse détaillée

des cations métalliques et des anions minéraux de chaque prélèvement met en relief une baisse de toutes les teneurs. Les baisses lentes au début de l'expérimentation s'accroissent à partir de la véraison située dans le cas présent, vers le 18 Mai 1961.

L'appauvrissement constaté souligne, plutôt qu'une perte dans la quantité globale d'éléments minéraux contenus dans la pellicule d'une baie de cassis, un retentissement certain dans les migrations à l'intérieur de la plante.

c) - Pulpe.

La pulpe est la partie du fruit qui fournit la majeure partie du jus. Elle augmente en poids et en volume au cours de la croissance de la baie, alors que les autres éléments botaniques constituant la grappe diminuent.

La quantité d'extrait sec total, faible dans les premiers échantillons s'accroît régulièrement et devient supérieure à celle de la pellicule.

Les taux de cendres et les alcalinités des cendres sont assez constants dans l'ensemble des prélèvements, et subissent une légère augmentation.

Les matières minérales ne suivent pas toutes les mêmes variations. En effet les teneurs en sodium, minimes, décroissent tandis que les teneurs en potassium, importantes, augmentent.

Les taux de calcium et de magnésium sont assez stables dans l'ensemble, malgré quelques résultats discordants. Les doses de magnésium sont plus importantes que celles du calcium, sauf dans le cas des prélèvements "A". Les quantités de fer et de cuivre sont très faibles.

Les teneurs en anions minéraux sont, toutes, assez constantes. Seuls quelques résultats semblent ne pas s'inclure dans la tendance générale de stabilité et exprimer un léger accroissement.

d) - Baies.

Nous ne nous sommes pas préoccupés, dans les travaux que nous avons publiés antérieurement, relatifs à la composition chimique des éléments constituant le fruit entier, de l'analyse des baies entières. Il nous semble intéressant de combler cette lacune en envisageant les variations susceptibles d'être enregistrées au cours de la maturation de la proportion des baies entières contenues dans 100 grammes de grappe fraîche.

Nous assistons, dans tous les cas, à une augmentation très sensible des taux d'extrait sec total. Ils traduisent une élévation de la teneur en sucre à mesure que le fruit s'achemine vers la maturité.

Par contre les teneurs en cendres et en alcalinité des cendres semblent diminuer légèrement, surtout après la véraison.

Les dosages successifs des différents constituants chimiques font ressortir des variations dissemblables. Les taux de sodium baissent, ceux de potassium augmentent ou se stabilisent, tandis que le calcium et le magnésium diminuent peu ou sont constants. Les teneurs en fer deviennent infimes. Les doses de cuivre sont très faibles.

Les taux de chlorures s'amenuisent un peu tandis que les sulfates et les phosphates subissent des variations en diminution importantes.

TABIEAU N° 111 A

Année 1961 - Variété "Noir de Bourgogne"

Les résultats sont exprimés en gramme pour la
quantité d'élément botanique présent dans 100 grammes
de grappe fraîche.

Alcalinité				
Dates	Nature	Extrait sec	Cendres	des cendres
24/4	Rafle	1,48	0,13	0,04
	Pellicule	9,11	0,67	0,27
	Pulpe	3,78	0,31	0,07
	Baies	13,18	1,00	0,32
2/5	Rafle	1,13	0,10	0,02
	Pellicule	9,49	0,70	0,25
	Pulpe	5,21	0,33	0,09
	Baies	14,37	1,06	0,38
9/5	Rafle	0,88	0,08	0,02
	Pellicule	8,32	0,70	0,21
	Pulpe	5,94	0,37	0,10
	Baies	14,55	1,06	0,33
16/5	Rafle	0,59	0,05	0,02
	Pellicule	6,76	0,59	0,21
	Pulpe	6,22	0,33	0,11
	Baies	16,85	0,95	0,32
24/5	Rafle	0,66	0,06	0,02
	Pellicule	8,96	0,58	0,21
	Pulpe	7,24	0,41	0,11
	Baies	16,70	0,95	0,31
1/6	Rafle	0,41	0,04	0,01
	Pellicule	9,46	0,46	0,17
	Pulpe	7,50	0,32	0,10
	Baies	16,87	0,84	0,29
8/6	Rafle	0,35	0,03	0,01
	Pellicule	10,65	0,56	0,17
	Pulpe	7,81	0,36	0,11
	Baies	24,52	0,90	0,25
21/6	Rafle	0,29	0,03	0,01
	Pellicule	11,21	0,50	0,17
	Pulpe	8,21	0,30	0,10
	Baies	18,13	0,76	0,23
27/6	Rafle	0,43	0,05	0,01
	Pellicule	10,42	0,46	0,16
	Pulpe	10,91	0,36	0,16
	Baies	27,19	0,97	0,26

TABLEAU N° III E

Année 1961 - Variété "Noir de Bourgogne".

Les résultats sont exprimés en gramme pour la
quantité d'élément botanique présent dans 100 grammes
de grappe fraîche.

Dates	Nature	Extrait sec	Cendres	Alcalinité des cendres
18/4	Rafle	2,86	0,21	0,07
	Baies	15,57	1,53	0,54
24/4	Rafle	1,75	0,11	0,03
	Pellicule	10,39	0,85	0,31
	Pulpe	2,60	0,26	0,09
	Baies	12,58	1,04	0,30
2/5	Rafle	1,61	0,12	0,03
	Pellicule	10,03	0,72	0,23
	Pulpe	5,41	0,28	0,09
	Baies	14,16	0,96	0,34
9/5	Rafle	1,04	-	-
	Pellicule	10,10	0,72	0,18
	Pulpe	5,80	0,28	0,09
	Baies	15,67	0,92	0,31
16/5	Rafle	0,80	0,06	0,02
	Pellicule	10,02	0,59	0,22
	Pulpe	5,40	0,26	0,07
	Baies	19,03	0,91	0,32
24/5	Rafle	0,71	0,05	0,02
	Pellicule	10,13	0,59	0,20
	Pulpe	5,86	0,50	0,08
	Baies	16,96	0,82	0,26
1/6	Rafle	0,59	0,04	0,01
	Pellicule	9,61	0,45	0,16
	Pulpe	8,52	0,33	0,10
	Baies	17,06	0,70	0,22
8/6	Rafle	0,57	0,04	0,01
	Pellicule	11,04	0,58	0,17
	Pulpe	8,91	0,96	0,11
	Baies	20,95	0,81	0,33
21/6	Rafle	0,34	0,03	0,01
	Pellicule	10,81	0,46	0,13
	Pulpe	10,89	0,35	0,10
	Baies	20,72	0,91	0,22
27/6	Rafle	0,50	0,04	0,01
	Pellicule	9,85	0,44	0,15
	Pulpe	11,37	0,47	0,14
	Baies	28,32	0,76	0,26

TABLEAU N° III C

Année 1961 - Variété "Royal de Naples"

Les résultats sont exprimés en gramme pour la
quantité d'élément botanique présent dans 100 grammes
de grappe fraîche.

				:Alcalinité :
Dates	Nature	:Extrait sec:	Cendres	:des cendres:
17/4	Rafle	2,33	0,16	0,04
	Pellicule	10,29	0,92	0,19
	Pulpe	-	-	-
	Baies	13,09	1,21	0,34
26/4	Rafle	1,42	0,08	0,02
	Pellicule	9,94	0,78	0,23
	Pulpe	4,33	0,31	0,06
	Baies	13,78	1,09	0,26
5/5	Rafle	0,99	0,07	0,02
	Pellicule	8,40	0,69	0,20
	Pulpe	6,15	0,36	0,09
	Baies	14,50	0,99	0,26
12/5	Rafle	0,95	0,05	0,01
	Pellicule	9,11	0,64	0,19
	Pulpe	7,89	0,36	0,10
	Baies	16,79	1,09	0,31
18/5	Rafle	0,81	0,05	0,01
	Pellicule	8,10	0,54	0,17
	Pulpe	7,31	0,32	0,08
	Baies	16,35	0,95	0,27
25/5	Rafle	0,60	0,03	0,01
	Pellicule	6,96	0,43	0,13
	Pulpe	9,15	0,41	0,15
	Baies	16,37	0,90	0,26
2/6	Rafle	0,55	0,03	0,01
	Pellicule	8,51	0,52	0,14
	Pulpe	10,05	0,38	0,08
	Baies	18,47	0,83	0,23
16/6	Rafle	0,53	0,03	0,01
	Pellicule	7,77	0,44	0,11
	Pulpe	11	0,41	0,10
	Baies	22,39	0,82	0,22
27/6	Rafle	0,35	0,02	-
	Pellicule	9,94	0,47	0,13
	Pulpe	11,53	0,39	0,11
	Baies	22,35	0,77	0,23

TABLEAU N° III D

Année 1961 - Variété "Royal de Naples"

Les résultats sont exprimés en gramme pour la
quantité d'élément botanique présent dans 100 grammes
de grappe fraîche.

				Alcalinité	
Dates	Nature	Extrait sec	Cendres	des cendres	
17/4	Rafle	2,73	0,19	0,08	
	Pellicule	12,70	1,17	0,28	
	Pulpe	4,25	0,35	0,06	
	Fleurs - Fruits	13,12	1,20	0,30	
26/4	Rafle	1,50	0,10	0,03	
	Pellicule	10,30	0,76	0,21	
	Pulpe	4,43	0,28	0,07	
	Baies	15,62	1,17	0,37	
5/5	Rafle	1,06	0,07	0,02	
	Pellicule	9,64	0,82	0,24	
	Pulpe	4,92	0,27	0,07	
	Baies	15,43	1,06	0,27	
12/5	Rafle	0,89	0,06	0,02	
	Pellicule	9,37	0,71	0,21	
	Pulpe	6,10	0,34	0,10	
	Baies	15,34	-	-	
18/5	Rafle	0,73	0,05	0,01	
	Pellicule	9,25	0,66	0,21	
	Pulpe	6,53	0,32	0,11	
	Baies	14,46	1,02	0,33	
25/5	Rafle	0,57	0,03	0,01	
	Pellicule	8,66	0,59	0,19	
	Pulpe	7,81	0,36	0,09	
	Baies	18,99	0,83	0,25	
2/6	Rafle	0,61	0,04	0,01	
	Pellicule	11,05	0,49	0,14	
	Pulpe	9,37	0,35	0,09	
	Baies	18,18	0,77	0,25	
16/6	Rafle	0,56	0,02	0,01	
	Pellicule	9,71	0,43	0,13	
	Pulpe	13,39	0,45	0,14	
	Baies	20,38	0,84	0,27	
27/6	Rafle	0,33	0,03	0,01	
	Pellicule	12,01	0,53	0,16	
	Pulpe	11,20	0,38	0,11	
	Baies	23,31	0,84	0,25	

Dates	Nature	Na	K	Ca
24/4	Rafle	0,98	45,8	4,4
	Pellicule	16,05	211,8	60,9
	Pulpe	5,10	96	16,2
	Baies	9,42	329,7	56,5
2/5	Rafle	0,37	35,9	3,1
	Pellicule	12	258,4	39
	Pulpe	7,14	121,3	14,9
	Baies	11,49	354,4	49,8
9/5	Rafle	0,54	33	3,3
	Pellicule	8,03	229,6	42,47
	Pulpe	3,96	128,7	33,66
	Baies	11,64	320,1	56,9
16/5	Rafle	0,25	20,7	1,4
	Pellicule	4,75	190,8	38,76
	Pulpe	4,60	103,6	18,04
	Baies	9,8	392,1	73,5
24/5	Rafle	0,16	23,8	2,08
	Pellicule	8,61	246,3	32,74
	Pulpe	2,84	136,3	24,42
	Baies	7,84	353,3	65,7
1/6	Rafle	0,06	18,1	1,35
	Pellicule	4,04	178,9	24,24
	Pulpe	3,61	110,7	9,84
	Baies	4,83	375,1	19,7
8/6	Rafle	0,13	14,2	1,87
	Pellicule	2,82	208,7	24,82
	Pulpe	2,12	136	14,87
	Baies	6,92	375,8	46,4
21/6	Rafle	0,12	14,7	1,42
	Pellicule	2,23	184,14	11,72
	Pulpe	1,73	108,25	17,32
	Baies	3,96	317,12	45,58
27/6	Rafle	0,20	19,8	1,48
	Pellicule	3,31	170,64	18,01
	Pulpe	4,12	185,40	23,17
	Baies	7,91	405,40	35,60

Tableau n° IV A - Année 1961 - Variété "Noir de Bourgo
Les résultats sont exprimés en milligramme pour la que

Li	Fe	Cu	Cl	SO	PO
3,65	0,23	-	5,05	9,57	25,17
32,74	2,76	0,39	10,40	39,80	136,74
7,26	1,20	0,10	12,33	22,80	90
29,20	4,33	0,27	9,89	58,40	237,38
1,53	0,17	-	2,45	6	21,4
22,8	1,86	0,21	7,21	34,20	125,2
4,72	1,57	0,07	12,35	20,78	91
34,9	3,11	0,20	8,52	79,51	152,32
3,22	0,07	-	2,13	5,46	14
25,87	1,95	0,17	4,98	48,79	142,94
4,75	1,86	0,10	3,72	10,59	95,05
32	3,39	0,29	9,7	106,7	157,14
0,73	0,06	-	1,41	4,64	9,11
17,28	1,96	0,18	6,25	26,53	89,46
5,37	0,99	0,12	9,51	9,40	89,85
18,17	2,25	0,19	6,27	34,3	147
0,99	0,05	-	1,52	3,66	12,27
8,61	1,32	0,17	5,45	22,40	70,6
7,32	1,38	0,06	3,21	7,73	103,7
25,5	2,74	0,29	10,19	52,97	170,59
1,25	0,02	-	0,84	2,85	8,55
19,04	1,11	0,12	7,21	14,42	77,92
11,89	1,06	0,09	4,42	5,97	66,4
7,91	2,27	0,12	8,88	47,37	148,05
0,77	0,02	-	1,03	1,98	4,46
37,79	1,01	0,15	10,77	20,86	77,84
12,32	0,93	0,07	3,10	9,77	53,75
11,39	1,68	0,02	5,33	51,42	121,64
0,67	0,01	-	0,78	1,68	4,90
24,55	1,33	0,09	6,69	16,18	77,01
11,69	0,88	-	1	11,25	67,54
9	1,33	0,10	8,42	30,72	121,56
0,61	0,01	-	0,86	2,45	6,21
18,46	0,71	0,06	8,76	8,19	58,3
16,99	0,92	-	-	-	88,06
9,19	1,13	0,11	9,08	48,46	172,08

gne".

atité d'élément botanique contenue dans 100 grammes de grappe fraîche.

Dates	Nature	Na	K	Ca
18/4	Rafle	1,55	84,52	4,46
	Baies	13,42	402,75	89,5
24/4	Rafle	0,73	43,31	3,26
	Pellicule	11,88	204,60	68,64
	Pulpe	2,73	65,52	17,19
	Baies	16,80	248,83	67,60
2/5	Rafle	0,94	48,73	4,23
	Pellicule	9,64	212,19	50,25
	Pulpe	3,60	96	20,40
	Baies	11,32	292,64	45,31
9/5	Rafle	-	-	-
	Pellicule	12,24	214,20	31,84
	Pulpe	2,46	105,60	16,54
	Baies	9,64	303,56	49,16
16/5	Rafle	0,21	24,19	1,60
	Pellicule	9,51	215,56	22,20
	Pulpe	1,71	82,08	10,94
	Baies	14,64	307,44	38,04
24/5	Rafle	0,25	20,28	1,40
	Pellicule	6,45	203,17	25,80
	Pulpe	2,68	83,75	12,39
	Baies	9,80	303,80	36,26
8/6	Rafle	0,29	17,13	1,66
	Pellicule	7,45	216,19	13,93
	Pulpe	4,87	146,10	19,96
	Baies	11,80	277,92	31,64
21/6	Rafle	0,10	12,18	1,15
	Pellicule	8,37	203,67	14,16
	Pulpe	1,73	90,93	27,50
	Baies	9,91	356,76	38,64
27/6	Rafle	0,15	13,57	1,43
	Pellicule	5,36	169,90	16,56
	Pulpe	2,69	147,27	25,33
	Baies	11,86	316,48	40,54

Tableau n° IV B - Année 1961 - Variété "Noir de Bourgogne"

Les résultats sont exprimés en milligramme pour la quantité

Mg	Fe	Cu	Cl	SO ⁴	PO ⁴
6,61	0,42	-	5,72	8,82	25,88
34,01	7,42	0,35	23,44	76,97	343,68
3,17	0,26	-	3,02	7,58	21,10
27,72	2,44	0,31	12,54	52,80	190
12,83	1,47	0,09	5,78	16,10	57,33
45,07	4,78	0,29	18,59	67,60	270,43
4,12	0,29	-	3,43	7,96	17,60
19,32	3,09	0,21	12,56	48,86	154,63
8,70	1,62	0,08	5,82	12,30	64,20
33,98	2,64	0,24	13,49	75,52	186,91
-	-	-	-	-	-
21,43	3,12	0,17	26,07	36,72	186,78
12,67	1,76	0,09	4,64	8,80	45,40
48,20	4,14	0,15	11,76	51,09	167,73
1,60	0,09	-	2,83	3,23	6,79
19,03	1,90	0,12	6,84	28,53	121,80
11,97	1,71	0,06	7,25	11,62	72,84
43,89	3,99	0,24	11,02	65,39	187,29
1,70	0,06	0,25	2,99	2,52	4,86
19,36	1,93	0,29	11,54	19,35	137,47
12,73	1,17	0,28	3,95	7,37	74,37
28,36	2,94	0,19	8,91	38,27	164,64
1,63	0,05	-	1,62	1,98	4,83
11,44	1,54	0,15	11,77	39,26	134,37
7,79	1,46	0,11	2,77	8,27	75,97
16,81	2,07	0,20	9,79	41,52	166,25
0,69	0,02	-	1,13	1,13	4,14
8,49	1,51	0,15	16,46	32,92	86,39
14,53	1,24	0,13	9,09	12,55	90,30
19,82	1,48	0,24	12,48	38,64	179,38
1,12	0,02	-	1,07	1,01	5,75
11,19	1,11	0,06	12,38	28,16	61,79
10,78	1,23	0,12	4,74	14,75	77,61
21,84	1,48	0,18	12,56	21,84	148,35

- 2 -

ité d'élément botanique présent dans 100 grammes de grappe fraîche.

Dates	Nature	Na	K	Ca
17/4	Rafle	2,61	58,97	7,85
	Pellicule	12,54	245,5	84,48
	Pulpe	4,61	78,72	29,40
	Baies	8,12	361,2	72,24
26/4	Rafle	1,12	31,95	5,73
	Pellicule	8,45	262,6	70,20
	Pulpe	5,10	110,7	38,10
	Baies	11,40	352,4	89,86
5/5	Rafle	0,70	22,71	3,93
	Pellicule	12	235,5	48,59
	Pulpe	3,89	133,4	36,95
	Baies	5,72	283,2	63,36
12/5	Rafle	0,37	15,02	4,06
	Pellicule	5,49	223,9	37,60
	Pulpe	5,06	137,4	30,80
	Baies	13,58	353,1	51,41
18/5	Rafle	0,74	16,49	3,91
	Pellicule	6,66	181,4	44,98
	Pulpe	1,25	120,8	30,93
	Baies	7,78	265,6	51,41
25/5	Rafle	0,33	11,72	3,07
	Pellicule	8,12	111,2	38,63
	Pulpe	5,19	125,5	38,70
	Baies	9,8	299,8	54,8
2/6	Rafle	0,32	9,75	2,11
	Pellicule	4,52	155,4	39,28
	Pulpe	3,83	135,5	31,61
	Baies	11,78	295,5	29,7
16/6	Rafle	0,37	12,64	1,89
	Pellicule	4,80	125,4	9,18
	Pulpe	4,40	125,4	13,20
	Baies	9,87	269,4	26,64
27/6	Rafle	0,60	8,58	1,91
	Pellicule	4,48	132,6	12,56
	Pulpe	2,70	128,2	19,47
	Baies	6,92	274,9	35,60

Tableau n° 4 C - Année 1961 - Variété "Royal de Naples"
 Les résultats sont exprimés en milligramme pour la g

Mg	Fe	Cu	Cl	SO	PO
3,78	0,38	-	3,78	12,51	32,20
52,80	6	0,16	18,48	117,4	236,20
9,96	0,97	0,02	5,34	33,12	69,49
59,59	4,96	0,18	21,49	132,7	293,4
2,59	0,22	-	2,61	9,60	13,34
28,60	2,86	0,14	17,94	125,4	174,20
9,60	1,05	0,06	7,80	44,10	57,60
39,46	3,13	0,17	14,25	126,3	247
1,96	0,14	-	1,84	8,29	10,37
15,43	2,05	0,11	17,15	72,6	133,77
10,89	1,12	0,06	7,50	43,17	63,79
33,60	2,78	0,24	17,37	116,1	232,3
1,71	0,07	-	1,59	5,88	9,16
11,25	1,70	0,06	13,72	43,9	127,36
14,77	1,35	0,12	11,73	35,02	64,98
33,9	2,52	0,18	20,75	96,03	234,7
0,95	0,08	-	1,15	4,30	6,33
30,54	1,99	0,09	17,2	48,28	114,41
15,88	1,50	0,07	10,53	40,54	60,19
42,8	3,21	0,20	19,46	87,5	234,7
1,23	0,04	-	0,96	3,68	4,46
10,93	2,03	0,07	13,2	36,57	94,56
19,82	1,08	0,05	8,49	29,26	80,24
33,32	1,86	0,14	15,58	53,9	213,64
1,28	0,02	-	0,512	3,66	6,85
10,57	2,01	0,07	13,8	27,16	113,83
18,20	0,95	0,05	7,66	18,68	78,55
35,35	1,86	0,10	21,56	45,08	213,6
0,67	0,02	-	1,20	3,05	5,47
9,53	1,53	0,07	16,38	16,50	95,30
8,80	1,26	0,06	9,13	9,90	89,10
22,70	1,48	0,11	27,53	62,18	199,3
0,92	0,01	-	1,26	2,17	5,19
9,42	1,25	0,07	12,23	18,8	88,82
11,90	0,86	0,06	3,89	11,90	50,85
16,81	1,38	0,11	16,61	27,69	191,8

Quantité d'élément botanique contenue dans 100 grammes de grappe fraîche.

Dates	Nature	Na	K	Ca
17/4	Rafle	1,60	87,20	7,70
	Pellicule	12,44	423,13	60,26
	Pulpe	3,57	99,96	30,46
	Baies	14,28	424,17	114,30
26/4	Rafle	0,42	39,75	4,89
	Pellicule	7,68	236,8	54,40
	Pulpe	6,25	56,25	28,70
	Baies	8,57	390,52	118,11
5/5	Rafle	0,42	31,50	2,53
	Pellicule	4,47	258,71	73,37
	Pulpe	7,17	57,05	28,68
	Baies	6,75	356,97	106,12
12/5	Rafle	0,55	27,84	2,37
	Pellicule	5,59	223,92	47,27
	Pulpe	5,23	101,2	36,64
	Baies	-	-	-
18/5	Rafle	0,27	20,52	1,98
	Pellicule	7,16	211	48,97
	Pulpe	2,66	112,10	22,80
	Baies	8,79	332,18	74,25
25/5	Rafle	0,12	14,42	1,91
	Pellicule	2,19	224,8	32,89
	Pulpe	1,73	121,5	19,53
	Baies	11,78	284,7	42,22
2/6	Rafle	0,36	17,2	2,01
	Pellicule	2,07	176,12	31,12
	Pulpe	4,17	132,24	17,63
	Baies	9,82	274,96	51,06
16/6	Rafle	0,27	17,40	2,07
	Pellicule	2,87	172,20	30,75
	Pulpe	4,02	181,12	24,15
	Baies	6,89	305,35	57,13
27/6	Rafle	0,14	23,12	1,33
	Pellicule	2,53	197,3	31,42
	Pulpe	2,88	153,9	16,83
	Baies	3,94	320,77	66,12

Tableau n° 4 D - Année 1961 - Variété "Royal de Naples".
Les résultats sont exprimés en milligramme pour la quanti

Mg	Fe	Cu	Cl	SO ⁴	PO ⁴
5,02	0,41	0,01	4,83	11,98	15,51
24,23	8,64	0,31	31,44	71,39	251,5
5,90	1,11	0,04	4,87	19,99	-
28,57	4,55	0,18	26,07	47,33	225,03
1,71	0,12	-	3,49	8,40	17,72
16	4,28	0,18	32,19	44,8	31,2
9,36	0,99	0,04	4,62	14,06	64
24	2,85	0,18	24,38	82,86	200,02
1,83	0,07	-	2,14	5,24	8,37
17,22	4,08	0,18	17,82	40,04	91,23
5,52	0,88	0,04	5,28	15,32	102,69
24,40	2,89	0,17	28,17	56,92	196,81
1,39	0,07	-	1,45	5,30	6,38
13,68	4,10	0,13	19,90	36,69	134,35
8,37	1,08	0,08	9,07	31,06	85,95
-	-	-	-	-	-
1,04	0,06	-	1,08	3,55	3,92
20,90	3,58	0,02	16,12	31,05	121,82
5,70	0,76	0,03	1,74	8,74	87,78
22,47	2,83	0,16	17,39	55,58	187,58
1,16	0,05	-	1,12	3,55	3,11
13,70	1,54	0,11	15,50	34,52	101,98
7,37	0,99	0,09	8,76	13,88	109,36
14,73	2,94	0,18	16,20	37,31	179,70
1,20	0,04	-	1,46	3,09	3,57
12,97	2,02	0,07	12,17	32,63	96,49
10,20	0,88	0,04	5,28	21,80	103
19,54	2,55	0,13	14,82	75,61	143,35
1,11	0,03	-	1,26	3,36	4,44
12,30	1,02	0,06	22,30	28,70	88,56
10,92	0,77	0,06	7,36	17,25	124,20
21,67	1,97	0,17	23,93	48,26	150,70
0,82	0,01	-	0,61	2,38	4,59
12,16	1,06	0,04	10,92	20,24	187,55
7,21	0,53	0,04	6,92	10,10	69,26
22,70	1,36	0,07	18,35	56,25	189,5

Contenu d'élément botanique présent dans 100 grammes de grappe fraîche.

T R O I S I E M E P A R T I E

Technologie et étude chimique du jus de cassis.

Officiellement on dénomme "jus de fruit" le produit naturel provenant de la pression du fruit frais, sain et mûr, non fermenté ou ne comportant pas plus de 1 degré alcoolique provenant du début de fermentation.

Le fruit doit donc être traité aussitôt après la cueillette. Si l'on se trouve dans l'impossibilité de le faire, on le conserve quelques temps dans des chambres froides au dessous de -2° , en maintenant un degré hygrométrique de 80 à 85 % pour empêcher la flétrissure des baies et les pertes d'eau.

Rappelons à nouveau que la fabrication industrielle est conduite de telle manière que 100 grammes de grappes fournissent 100 grammes de jus. Pour étudier les variations de composition du cassis au cours de sa fabrication nous avons effectué depuis le début des opérations 13 séries de prélèvements qui ont été soumis à l'analyse. Pour comprendre les raisons de ces prélèvements, il est nécessaire de rappeler comment s'effectue la fabrication à partir de la récolte. Elle comprend les étapes suivantes :

1° - La précuisson, opération qui consiste à broyer à froid les grappes entières et à les chauffer modérément vers 40°. Cette opération, préconisée par EAUMANN (25) et KOCH (26) améliore le rendement en jus et facilite la dépectinisation ultérieure, et par suite le pressurage.

Une première analyse a été effectuée sur la masse sortant du précuiseur sur un échantillon homogénéisé aussi parfaitement que possible.

Il serait possible après la précuisson de prévoir un éraflage des grappes, mais ce n'est pas souhaitable, la rafle constituant un élément de broyage à l'intérieur même du gâteau de pulpe et de pellicule, lors du pressurage.

2° - La dépectinisation est l'opération qui joue l'un des rôles les plus importants dans la fabrication de tous les jus de fruit. Elle consiste à hydrolyser les pectines qui forment l'élément gélatineux du fruit, gênant toutes les décantation et filtration. L'industrie utilise l'hydrolyse enzymatique, qui n'apporte pas d'autres modifications chimiques au jus de fruit. JOSLYN (27) et ses collaborateurs ont montré qu'il n'était pas nécessaire d'aller jusqu'au stade ultime de la dégradation des molécules pectiques pour assurer au jus une limpidité parfaite et durable. On peut effectuer la dépectinisation

soit sur le moût, soit sur le jus de presse. Dans nos expériences nous l'avons pratiqué sur le moût en utilisant une enzyme pectolytique commerciale (Pectasine - Pectinex) ajoutée dans la proportion de 3 à 5 g. par kg de fruit. Le milieu est d'abord agité pendant une quinzaine de minute puis abandonné au repos pendant 2 heures.

Une deuxième analyse a été faite sur le milieu dépectinisé.

3° - Le pressurage, effectué sur le milieu dépectinisé au moyen d'une presse hydraulique traitant journallement 7 à 8 tonnes de fruit, fournit le jus dit de lère presse.

Une troisième analyse a été effectuée sur ce jus.

Il est à noter que l'industriel réserve toujours une certaine quantité de ce jus qui ne sera pas mélangé avec les jus de 2° et 3° presse.

4° - La décantation et la centrifugation. La décantation du jus de lère presse fournit un dépôt très coloré qui a fait l'objet d'une 4ème analyse.

La clarification est achevée par une centrifugation à 5.000 tours par minute. Une 5ème et une 6ème analyse ont été faites respectivement sur le jus centrifugé et sur le dépôt de la centrifugation.

5° - La stérilisation a été pratiquée par le procédé de la flash pasteurisation à 80°, recommandé par GACHOT (28). Nous avons trouvé préférable de porter pendant un court

instant la température a 95° puis de la ramener a 75° C, la température de 95° inhibant plus sûrement les micro-organismes qui pourraient altérer ultérieurement le jus. Le débit de passage était de 5 litres/minute.

Le jus pasteurisé a été analysé à nouveau (7° analyse).

- 6° - Le stockage du jus stérilisé s'effectue dans des tanks vernis intérieurement, que l'on remplit intégralement avec le jus chaud sortant de la stérilisation.
- 7° - L'émiettement des marcs est réalisé mécaniquement en présence de 200 litres d'eau chaude à 80° C par tonne de cassis frais mis en oeuvre, en maintenant le contact pendant deux heures.

Une 8ème analyse a été faite directement sur le marc avant l'émiettement et une 9ème sur la masse homogénéisée marc + eau à 80°.

- 8° - Le deuxième pressurage n'est pas effectué a la presse hydraulique mais a la presse horizontale Vaslin qui se prête mieux à cette opération. Il fournit un jus de 2° presse sur lequel on a fait la 10ème analyse.

Ce jus est réuni au jus de 1° presse.

- 9° - Le troisième pressurage se fait sur la même presse horizontale après désagrégation du marc au moyen des chaînes en acier contenues dans la presse. Il fournit

un jus extrêmement coloré qui est ajouté au jus de 1ère et 2ème presse.

Une 11° analyse a été faite sur le jus de 3ème presse, une 12° sur le marc résiduel. Enfin une 13° analyse a été faite sur le mélange des jus pasteurisé.

L'ensemble de ces opérations se trouve résumé dans le tableau n° 2.

Les analyses effectuées à ces différents stades ont porté sur l'extrait sec, la teneur en sucre, les cendres, l'acidité, les cations et anions minéraux, les acides organiques y compris l'acide ascorbique. Elles nous ont permis d'établir des bilans très complets qui n'avaient jamais été établis jusqu'ici.

§ 1 - Densité -

Nous avons pris la densité des jus à différents stades. Cette constante est en effet une des premières caractéristiques que l'on détermine dans la préparation des jus de fruit. Elle représente un indice de maturité du fruit et de qualité du jus. Elle a été mesurée par la méthode aréométrique qui est utilisée dans les établissements producteurs de jus de fruit, en y apportant les corrections de températures. Nous avons trouvé que :

Tableau n° 2

Fruits frais

Broyage-Précuisson (1° analyse)

Dépectinisation enzymatique (2° analyse)

Pressurage hydraulique

Jus de 1ere presse (3° analyse)

Marc (8° analyse)

↓
Émiettement

↓
Marc émietté +
eau à 80° C
(9° analyse)

↓
Premier pressurage à la
presse horizontale

Jus de 2° presse
(10° analyse)

↓
Rebêchage

↓
Deuxième pressurage à la
presse horizontale

Jus de 3° presse
(11° analyse)

Décantation

Décantation
(4° analyse)

Marc
(12° analyse)

↓
Centrifugation

↓
Centrifugation
(5° et 6° analyses)

↓
Pasteurisation

↓
Pasteurisation
(13° analyse)

↓
Jus réservé
(7° analyse)

↓
Stockage

- la densité du jus de première presse est 1068.

Après décantation et centrifugation la densité est à peine plus faible. La pasteurisation ne modifie pas la densité.

- la densité des jus de 2° et 3° presse est sensiblement la même et voisine de 1020.

- la densité des jus mélangés est égale à 1055, valeur très voisine de celle d'un jus préparé par le Centre de recherches des jus de fruit, dans des conditions un peu différentes correspondant à un rendement de 70 % seulement. Ces chiffres figurent dans le tableau n° 3.

§ 2 - Extrait sec -

La technique retenue est celle qui a été mise en oeuvre lors de l'étude de la croissance des fruits. (Voir page 11).

Les extraits secs des fruits à la sortie du précuiseur, du moût de cassis après malaxage et dépectinisation et du jus de première presse sont sensiblement égaux (16 %). Pourtant deux éléments botaniques présents dans les deux premiers stades de la fabrication n'existent plus dans les jus : la rafle et la pellicule qui constituent à elles deux 45 à 50 % environ de la grappe entière fraîche à maturité avec une teneur en matière sèche voisine pour l'une de 30 % et de 22 % pour l'autre. Malgré cela le jus obtenu au pressoir hydraulique peut avoir un extrait sec total

identique à celui des fruits entiers écrasés et dépectinisés en raison de la présence du sucre libéré par le pressurage.

La centrifugation ne dépouille pas le jus de sa richesse en sucre. La pasteurisation n'intervient pas non plus dans la modification éventuelle de la teneur en extrait sec.

Après les pressurages à la presse horizontale Vaslin les marcs perdent un peu de leurs constituants solubles dans l'eau chaude mais conservent un extrait sec supérieur à celui des fruits entiers frais.

Ces résultats sont consignés dans le tableau n° 2.

§ 3 - Teneur en sucres totaux -

La teneur en sucre, contenue dans les fruits est de 8 g. 20 pour 100 grammes de produit frais. Elle correspond à un état de maturité homogène pour une récolte totale et les fruits sont prêts à être cueillis.

Les sucres présents sont directement réducteurs. Cette observation rejoint la constatation de AYRES, CHARLEY et SWINDELLS (29). Nous n'avons trouvé que des traces de sucres non réducteurs. Ceci peut être expliqué par l'importante acidité naturelle des fruits et des jus, qui provoquerait l'hydrolyse d'un éventuel diholoside non réducteur tel que le saccharose.

Le pressurage hydraulique donne un jus plus riche que les fruits car la rafle et les pellicules qui intervenaient au stade de la précuisson et de la dépectinisation sont éliminées.

Le dépôt de décantation contient très peu de sucre.

Le jus centrifugé débarrassé de la boue peu sucrée contient un taux de sucre légèrement supérieur à celui du jus de première presse, en raison de l'élimination des matières en suspension.

La quantité de glucides solubles du jus pasteurisé est voisin des teneurs précédentes.

Les marcs de première et de deuxième presse, dont les extraits secs sont très élevés, ne contiennent plus de sucres. Les jus de macération de deuxième presse (avant et après rebêchage) sont, eux aussi, très pauvres. Mais, leurs extraits secs sont très faibles. Ceci nous montre que les extraits secs des fruits et des jus varient dans le même sens que les teneurs en glucides totaux, tandis que les marcs constitués par des éléments ligneux, (rafle, pellicules broyées et pépins) riches en extrait sec, sont dépourvus de glucides solubles. Les liquides obtenus après la macération sont pauvres en matière sèche et en sucres. Le jus industriel contient une quantité de matière sucrée moyenne, résultat de la dilution dictée par le rendement. Les taux de sucre trouvé figurent dans le tableau n° 3.

Densités, extraits secs totaux, teneurs en sucres totaux

Nos	Nature des prélèvements	Densité à 15° C.	Extrait sec total en gr. %	Sucres totaux en gr. %
1	Fruits sortie du précuiseur.		16,20	8,20
2	Malaxage, dépectinisation:		16,00	7,80
3	Jus première presse.	1,068	16,20	8,50
4	Dépôt de décantation du jus première presse.		18,60	2,90
5	Jus centrifugé.	1,065	16,00	8,80
6	Résidu de centrifugation:		13,80	5,10
7	Jus pasteurisé.	1,060	15,90	8,60
8	Marc première presse.		28,40	2,25
9	Marc + eau à 80° C.	1,022	5,13	1,60
10	Jus deuxième presse.	1,021	4,93	1,50
11	Jus troisième presse.	1,019	4,64	1
12	Marc deuxième presse.		24,80	traces
13	Jus mélangé pasteurisé:	1,055	11,20	5,45

Tableau n° 3.

§ 4 - Cendres -

1. - Taux de cendres.

Les fruits entiers broyés, chauffés et malaxés en présence de dépectinisant ont un taux de cendres compris entre 0 g. 97 et 0 g. 94 pour cent grammes d'échantillon frais calciné. Tous les constituants botaniques de la grappe de cassis participent à cette richesse en substances minérales, notamment la rafle et les pellicules aux taux de cendres très élevés. Le premier pressurage élimine ces parties, ce qui a pour conséquence immédiate un appauvrissement sensible du jus en éléments minéraux. Cet appauvrissement est achevé par la décantation et la centrifugation. C'est un phénomène inverse de celui que nous avons remarqué lors de l'étude des variations des glucides totaux.

La macération en présence d'eau chaude et le 2ème pressurage nous ont fourni un liquide très peu chargé en matières minérales, mais dont le taux de cendres est voisin de celui du jus de 3ème pressurage.

Nos résultats sont rassemblés dans le tableau n°4.

Les teneurs en cendres des produits intermédiaires de la fabrication du jus de cassis sont en accord avec les valeurs publiées par divers auteurs. GOUNY et VANGHEESDAELE (30) obtiennent par calcination des fruits à 450° C. 1 g. 10 de cendres pour 100 grammes de produit

frais, alors que nous trouvons 0 g. 90 sur les prélèvements effectués après la précuisson et la dépectinisation.

2.- Alcalinité des cendres.

Le jus de cassis est très acide, mais les cendres sont alcalines par suite de la présence de carbonates alcalins formés par la calcination. Le dosage de leur alcalinité permet de fixer les idées sur la quantité d'acides organiques salifiés dans le jus analysé. Connaissant par ailleurs l'acidité totale (acidité de titration), on connaît la quantité d'acides totaux libres.

Les variations enregistrées sont très faibles et identiques à celles des cendres pour les premiers prélèvements examinés. Les marcs possèdent un taux d'acides organiques salifiés importants tandis que l'alcalinité des cendres des derniers jus souligne l'efficacité du pressoir hydraulique qui a extrait, à partir du moût dépectinisé, la plus grande partie des constituants chimiques des fruits.

Les dépôts de décantation et les boues de centrifugation contiennent les résidus d'éléments botaniques dont les cendres sont très alcalines.

Voir tableau n° 4.

§ 5 - Acidité des jus -

La mesure de cette acidité par la méthode chimique en présence de bleu de bromothymol, comme on le fait pour les jus de fruit, représente l'acidité de titration.

Les dosages montrent que la proportion d'acides organiques libres des jus est plus grande que celle qui est évaluée par rapport aux fruits frais entiers broyés, précuits et malaxés. Ceci est du à l'élimination sous forme de marc, des parties solides de la grappe qui n'interviennent plus dans la composition chimique des fruits.

L'acidité de titration des jus est plus importante que celle du marc. Les quantités d'acides organiques totaux dosés séparément dans les jus sont supérieurs à celle des marcs tandis que les taux de cendres - indice de la richesse minérale - sont plus faibles. Ce fait a déjà été signalé lors de l'étude physiologique du raisin.

RIBEREAU-GAYON ⁽³¹⁾ rappelle que les proportions d'acides organiques libres augmentent de la périphérie de la baie vers le centre. C'est la pulpe qui contient le plus de fonctions acides libres provenant des anions organiques. L. GATET a observé que la pulpe de raisin est plus acide que la périphérie des baies. Les acidités de titration des jus de deuxième presse sont très inférieures à celles

des jus de première presse, mais à ces diverses phases, elles sont pratiquement constantes comme le sont les taux de cendres.

Nos résultats ont été exprimés en milligrammes d'acide citrique hydraté et rapportés à 100 grammes de produit frais analysé. Ils figurent conjointement avec ceux des cendres et de leur alcalinité dans le tableau n° 4.-

Cendres - Alcalinités des cendres exprimées en ion carbonate, acidités de titration en acide citrique monohydraté.

Nos	Nature des prélèvements	Cendres	des cen- dres en gr. %	Alcalinité des cen- dres en gr. %	Acidité de titration en gr. %
1	Fruits sortie du précuiseur.	0,970	0,243	2,870	
2	Malaxage, dépectini- sation	0,940	0,237	2,835	
3	Jus première presse.	0,890	0,249	3,367	
4	Dépôt de décantation du jus première presse.	1,000	0,249	3,430	
5	Jus centrifugé.	0,760	0,231	3,647	
6	Résidu de centrifugation	0,930	0,249	3,451	
7	Jus pasteurisé.	0,780	0,223	3,801	
8	Marc première presse.	1,370	0,336		
9	Marc + eau à 80° C.	0,480	0,134	1,710	
10	Jus deuxième presse.	0,400	0,102	1,380	
11	Jus troisième presse.	0,440	0,108	1,435	
12	Marc deuxième presse.	1,130	0,216		
13	Jus mélangé pasteurisé.	0,690	0,190	2,800	

Tableau n° 4.

§ 6 - Cations et Anions minéraux -

Les techniques utilisées ont été décrites lors de l'étude de la croissance des fruits. (Voir page 14 et suiv.)

1. - Cations.

Les quantités de sodium évaluées sont faibles et relativement constantes à tous les stades de la fabrication. Toutefois, les déchets technologiques sont un peu plus riches que les jus extraits. Ces taux sont à opposer à la richesse en potassium, disproportion naturelle retrouvée dans tous les fruits. Les teneurs en potassium subissent des variations plus marquées que les teneurs en sodium. Les produits de macération et d'extraction au pressoir Vaslin sont nettement plus pauvres que les matières premières mises en oeuvre.

Les taux des éléments alcalino-terreux sont d'importance inégale. Le calcium semble prépondérant dans les parties solides de la grappe tandis que le magnésium est présent à des doses plus faibles dans tous les échantillons.

Remarquons que nous pouvons assimiler les moûts de cassis dans les phases 1 et 2 de notre schéma de fabrication industrielle à la grappe entière fraîche. Cette correspondance nous permet de constater que les

teneurs publiées par HARTMANN (33) sont inférieures à celles que nous avons trouvées, tandis que les résultats de GOUNY et VANGHEESDAELE sont très voisins des nôtres.

Le fer et le cuivre qui sont les éléments métalliques les plus importants par leur action sur les caractères organoleptiques et sur les possibilités de conservation du jus de cassis ne se retrouvent plus qu'en faible quantité dans ce dernier. Les étapes successives de la fabrication éliminent les parties de la grappe susceptibles de céder du fer et du cuivre. En effet, les résultats des dosages mettent en évidence des teneurs élevées dans les fruits avant pressurage dans les marcs et dans les dépôts.

Il ne faut pas oublier que la culture, les traitements phytosanitaires et les conditions écologiques sont des sources d'enrichissement en fer et en cuivre que J. BERGERET a mis en relief. HEIMANN (34) a étudié sur le plan technologique, les augmentations possibles des taux de fer dus aux divers systèmes de presses utilisées, et les variations provoquées par l'éraflage des grappes. Cet auteur a étudié 4 lots de cassis : a, b, constitués par des grappes entières, c et d par des fruits éraflés. Les lots a et c subissent l'action continue du pressoir centrifuge préconisée par WUCHERPFENNIG (35). Les lots b et d sont soumis à l'action de la presse hydraulique.

La presse centrifuge et la presse à vis produisent des jus plus riches en éléments minéraux que les liquides extraits au pressoir hydraulique. D'autre part, la teneur en fer des jus de deuxième presse issus du pressoir hydraulique - 8 mg pour 1 litre de jus - est nettement supérieure à celle des jus provenant des fruits éraflés - 4 mg.

2. - Anions.

Les principaux anions minéraux dosés sont d'importance très inégale. Les taux de chlorures sont faibles et assez constants tandis que les sulfates et les phosphates sont prépondérants dans les marcs et dans les dépôts de décantation. Les extraits au pressoir horizontal Vaslin, avant et après rebêchage, comme les liquides de macération aqueuse des marcs sont de composition homogène et des baisses notables dans leur richesse minérale sont enregistrées.

Ces résultats sont consignés dans le tableau n° 5.

Les sommes de l'alcalinité des cendres, calculées en ions carbonates, des anions minéraux et des cations métalliques dosés séparément doivent être très voisines des taux de cendres. Ce que l'on vérifie immédiatement

sur les tableaux n° 5 et n° 6. Dans le premier des différences sont rapportées au poids de cendres. Dans le second les résultats sont exprimés en milliéquivalents; il constitue un bilan ionique.

Bilans pondéraux des cendres. Les résultats sont exprimés

L'alcalinité des cendres est c

Nos	Nature des prélèvements	Eaux de cendres	Na	Ca	Mg	
1	Fruits, Sortie du précuisseur	970	310	15	53	29
2	Malaxage, dépectinisation.	940	285	21	51	24
3	Jus première presse.	890	295	25	76	40
4	Dépôt de décantation du jus première presse.	1000	250	21	56,5	24
5	Jus centrifugé.	750	255	23	64	36
6	Résidu de centrifugation	930	270	29	68	36
7	Jus pasteurisé.	780	260	21,5	67	16,5
8	Marc première presse.	1370	410	31	85	33,5
9	Marc + eau à 80° C.	480	160	14	20,5	15,2
10	Jus deuxième presse.	400	115	18	20	12
11	Jus troisième presse.	440	125	11,5	31	12
12	Marc deuxième presse.	1130	280	33,5	94	30
13	Jus mélangé pasteurisé.	690	235	17	34	15,5

Tableau n

en mg et rapportés à 100 grammes de produit frais analysé.

culée en ions carbonates.

Fe	Cu	Cl ⁻	SO ⁴⁻⁻	PO ⁴⁻⁻⁻	Alcalinités: des cendres: en ions CO ₃	Totaux	Différences:
4,3	0,28	24,5	68,5	202	243	949,58	- 20,42
4,3	0,32	25,1	62	225	237	934,72	- 5,28
2,75	0,23	18	52	139	249	896,98	+ 5,98
5,7	0,27	22	97	264	249	989,47	- 10,53
2,2	0,22	17,7	42	154	231	825,12	+ 65,12
3,2	0,24	9,5	66,4	222	249	953,34	+ 23,34
2,16	0,25	15,8	58	156	223,5	820,71	+ 40,71
3,9	0,29	28	127	311	336	1365,69	- 4,31
2,4	0,16	9,2	49	62	134	466,46	- 13,54
1,6	0,07	6,7	32	77	102	384,37	- 15,63
1,3	0,07	4,6	42	83	108	418,47	- 21,53
2,65	0,12	13,3	132	276	216,9	1078,47	- 51,53
2,2	0,21	11,2	53	110	190,5	668,61	- 21,39

Bilans ioniques des cendres. Les résultats sont exprimés en

L'alcalinité des cendres est calc

: Nos :	: Nature des prélèvements :	:Alcalinités :	: Anions minéraux		
		:des cendres :	: Cl ⁻ :	: SO ⁴ :	: PO ⁴ :
		: en meq.d'ion :			
		: CO ₃ :			
1	Fruits, sortie du précuiseur.	8,1	0,6	1,5	2
2	Malaxage, dépectinisation.	7,9	0,7	1,2	2,3
3	Jus première presse.	8,3	0,5	1	1,4
4	Dépôt de décantation du jus première presse.	8,3	0,5	2	2,7
5	Jus centrifugé.	7,7	0,5	0,8	1,5
6	Résidu de centrifugation.	8,3	0,2	1,3	2,2
7	Jus pasteurisé.	7,4	0,4	1,1	1,5
8	Marc première presse.	11,2	0,8	2,5	3,2
9	Marc + eau à 80° C.	4,4	0,2	1	0,6
10	Jus deuxième presse.	3,4	0,2	0,6	0,7
11	Jus troisième presse.	3,6	0,15	0,8	0,9
12	Marc deuxième presse.	7,2	0,4	2,7	2,8
13	Jus mélangé pasteurisé.	6,3	0,3	1	1,1

eq. et rapportés à 100 grammes de produit frais analysé.

lée en meq.

Cations minéraux								
Totaux	K	Na	Ca	Mg	Fe - Cu	Totaux	Différences	
:	:	:	:	:	:	:	:	:
:	:	:	:	:	:	:	:	:
:	:	:	:	:	:	:	:	:
12,2	7,9	0,55	2,65	2,4	0,15	13,75	+ 1,55	
:	:	:	:	:	:	:	:	:
12,1	7,3	0,9	2,55	2	0,15	12,90	+ 0,8	
:	:	:	:	:	:	:	:	:
11,2	7,5	2,1	3,8	3,5	0,1	17	+ 5,8	
:	:	:	:	:	:	:	:	:
13,6	6,4	0,9	2,8	2	0,2	12,3	- 1,3	
:	:	:	:	:	:	:	:	:
10,5	6,5	1	3,1	3	0,07	13,6	+ 3,1	
:	:	:	:	:	:	:	:	:
12	6,7	1,3	3,4	3	0,1	14,5	+ 2,5	
:	:	:	:	:	:	:	:	:
10,4	6,6	0,9	3,3	1,3	0,07	12,1	+ 1,7	
:	:	:	:	:	:	:	:	:
17,7	10,2	1,3	4,2	2,8	0,15	18,65	+ 0,95	
:	:	:	:	:	:	:	:	:
6,2	4	0,6	1	1,2	0,1	6,9	+ 0,7	
:	:	:	:	:	:	:	:	:
4,9	2,9	0,7	1	1	0,05	5,65	+ 0,75	
:	:	:	:	:	:	:	:	:
6,4	3,2	0,5	1,55	1	0,05	7,3	+ 1,9	
:	:	:	:	:	:	:	:	:
13,1	7,1	1,4	4,7	2,5	0,14	15,7	+ 2,6	
:	:	:	:	:	:	:	:	:
8,7	6	0,7	1,7	1,3	0,05	9,7	+ 1	
:	:	:	:	:	:	:	:	:
:	:	:	:	:	:	:	:	:

§ 7 - Acides organiques -

L'acidité est une caractéristique fondamentale des fruits et de leurs jus. Le dosage de l'acidité totale et de chacun des acides qui la constitue était indispensable pour établir le bilan complet que nous nous sommes proposés d'établir. Seules, des études fragmentaires avaient été faites sur ce sujet. Dès 1909, C.F. MUTTELET (36) a souligné l'absence totale d'acide tartrique dans le fruit du cassisier. Cette observation, jamais démentie, est fondamentale car elle différencie totalement le cassis du raisin, seul fruit contenant de l'acidité tartrique en quantité importante. En 1933, A. GUILLAUME et Mme J. ADNOT (37) reprennent les observations de C.F. MUTTELET (38) et aboutissent aux mêmes résultats. Il ressort de ces travaux que l'acide organique prépondérant est l'acide citrique. Cet acide existe dans le cassis à la dose moyenne de 4 g. pour 100 grammes de grappe fraîche. Des études plus récentes donnent lieu à des conclusions contradictoires en ce qui concerne l'acide malique : absence d'acide malique pour A. GUILLAUME et Mme J. ADNOT, présence pour A.D. AYRES, V.L.S. CHARLEY et R. SWINDELLS (39). Pour A. MEHLITZ (40) l'acide citrique et l'acide malique, avec nette prédominance du premier constituant à eux deux l'essentiel de

l'acidité. Mais les méthodes modernes utilisant la chromatographie permettent de résoudre plus efficacement les problèmes de séparation et de dosage des acides organiques. C'est à cette dernière technique que nous nous sommes adressés, sous la forme très particulière, de la chromatographie sur résines échangeuses d'anions, décrite au chapitre de la séparation des acides, et déjà utilisée par R. CORDONNIER et Cl. BIZEAU ⁽⁴¹⁾ pour le vin et le jus de raisin. Elle nous a permis de constater que tous les échantillons examinés donnaient un chromatogramme à trois zones acides. Les deux dernières correspondent à celles des acides malique et citrique, faciles à caractériser. Il restait à identifier l'acide dont la présence est révélée par l'apparition de la première zone acide. Des constatations antérieures faites sur des infusions et des crèmes de cassis avaient déjà conduit J. BERGERET à admettre la présence d'acide lactique dans ces produits (travaux non publiés). C'est donc cet acide que nous avons cherché à caractériser. Pour cela des solutions aqueuses à 3 ‰ d'acide lactique puis des solutions contenant 3 ‰ d'acide citrique, 3 ‰ d'acide malique et 3 ‰ d'acide lactique sont fixées sur les résines convenablement traitées. Elles sont éluées de manière à connaître avec précision les zones de passages

acides, identiques à celles que fournissent les jus. Les fractions d'élution des jus de cassis et des solutions pures sont évaporées au bain de sable puis au bain marie. Elles sont reprises par l'eau bidistillée bouillie et chromatographiées ensuite sur papier selon la méthode de P. RIBEREAU-GAYON. La comparaison des spots obtenus avec ceux de chromatogrammes témoins met parfaitement en évidence la présence imprévisible de l'acide lactique dans tous les échantillons analysés.

La présence d'acide lactique dans le jus de cassis n'a pas à notre connaissance été signalée dans les travaux français. Mais en Allemagne A. MEHLITZ ⁽⁴²⁾, a dosé dans des jus de baies dont on ne connaît pas les conditions de fabrication 50 à 550 mg pour cent d'acide lactique. D.K. TRESSLER et M.A. JOSLYN ⁽⁴³⁾, mentionnent également sa présence. J. KOCH et E. ZEYEN ⁽⁴⁴⁾, dans des jus de cassis préparés par dilution aqueuse de 25 à 30 % de jus mère ont trouvé des quantités d'acide lactique variant de 4 mg à 17 mg pour cent.

A priori, cet acide dans les fruits et dans les jus peut avoir deux origines. Il peut être présente naturellement dans les fruits, il peut aussi résulter de la décarboxylation partielle de l'acide malique sous

l'action d'une carboxylase. Cette dernière hypothèse doit être rejetée car nous avons vérifié qu'un jus frais et parfaitement stérilisé donne également trois zones acides, aussi bien sur les chromatogrammes obtenus avec les résines échangeuses d'anions qu'avec le papier Watmann.

Dans les fruits frais nous trouvons des doses d'acide citrique égales à 3,3 g. pour 100 grammes de produit frais. Les jus débarrassés des éléments solides de la grappe en contiennent légèrement plus que les résidus de décantation et de centrifugation. Toutefois les dosages montrent une homogénéité assez nette entre les diverses teneurs.

La macération aqueuse du marc et les pressurages avant et après rebêchage ne libèrent que peu d'acide citrique, ce qui contribue à abaisser le taux d'acide du jus industriel résultant du mélange des jus.

Ces remarques s'appliquent aussi aux acides malique et lactique. Mais les quantités rencontrées sont nettement plus faibles puisque les valeurs les plus élevées ne dépassent pas 300 mg pour l'un et 130 mg pour l'autre, pour 100 grs de produit frais. Signalons que l'expression des marcs repris par l'eau chaude libère davantage d'acides malique et lactique que la simple macération, fait contraire à ce qui se produit au sujet de l'acide citrique.

Pour pouvoir établir les bilans physico-chimiques des acides organiques, nous avons calculé les portions libres et les portions salifiées, compte tenu du pH des échantillons mesure par la méthode électrométrique. Les parties les plus importantes sont les fractions libres qui constituent l'acidité de titration qui figure dans le bilan complet du tableau n° 12.

Seuls les échantillons liquides ou visqueux ont pu être analysés. Ils ont donné des résultats comparables. Il est évident que les marcs solides après pressurage sont exclus de cette étude des acides.

Nos résultats font l'objet du tableau n° 7.

Acides organiques contenus dans le
jus de cassis. Evaluations de leur
du pH, à partir des valeurs total

: Nos :	: Nature des prélèvements :	: pH :	: Acide citrique :		
			: Total :	: Libre :	: Sa :
: 1 :	: Fruits, sortie du :	:	:	:	:
: :	: précuiseur. :	: 3,30 :	: 3300 :	: 2560 :	:
: 2 :	: Malaxage, dépectinisation :	: 3,35 :	: 3220 :	: 2480 :	:
: 3 :	: Jus première presse. :	: 3,30 :	: 4060 :	: 3150 :	:
: 4 :	: Dépôt de décantation du :	:	:	:	:
: :	: jus de première presse. :	: 3,05 :	: 3717 :	: 3090 :	:
: 5 :	: Jus centrifugé. :	: 2,90 :	: 4020 :	: 3470 :	:
: 6 :	: Résidu de centrifugation. :	: 3,30 :	: 3950 :	: 3030 :	:
: 7 :	: Jus brut pasteurisé. :	: 2,90 :	: 4120 :	: 3550 :	:
: 9 :	: Marc + eau à 80° C. :	: 3 :	: 2020 :	: 1700 :	:
: 10 :	: Jus deuxième presse. :	: 3,15 :	: 1620 :	: 1310 :	:
: 11 :	: Jus troisième presse. :	: 3,25 :	: 1560 :	: 1320 :	:
: 13 :	: Jus industriel pasteurisé :	: 3 :	: 3090 :	: 2600 :	:

Les résultats sont exprimés en milligramme et

Tableau n

intermédiaires de la fabrication du
formes libre et salifiée compte-tenu
dosées.

Salifié	Acide malique			Total	Acide lactique		
	Total	Libre	Salifié		Total	Libre	Salifié
740	268	210	58	106	80	26	
740	295	226	69	126	93	33	
910	281	221	60	84	64	20	
627	286	249	37	121	103	18	
550	295	245	54	62	55	7	
920	332	240	92	127	96	31	
570	236	208	28	115	102	13	
320	54	45	9	28	24	4	
310	80	66	14	47	38	9	
240	93	74	19	42	33	9	
490	155	133	22	100	87	13	

apportés à 100 grammes de matière fraîche.

L'étude des acides organiques du cassis a été complétée par le dosage de l'acide ascorbique. Le cassisier est en effet une source très importante de vitamine C. Les quantités dosées par les différents chercheurs montrent qu'à ce titre, les jus de ce fruit ont un grand intérêt nutritionnel. Retenons les travaux de J. KOCH et G. BRETHAUER (45) qui ont trouvé 151 mg d'acide ascorbique pour cent ml dans "le jus mère" qui correspond au jus de première presse que nous avons préparé et 137 mg pour cent ml dans le jus industriel, correspondant au rendement de 100 % défini comme précédemment, c'est à dire 100 gr de jus pour 100 gr de fruit entier frais. J. BAUMANN (46), a trouvé des taux généralement compris entre 100 et 200 mg et dépassant quelquefois ce dernier chiffre, ce qui correspond à une grande richesse en acide ascorbique. J. LAVOLLAY et A. PATRON (47) ont également trouvés des teneurs de 150 à 200 mg pour 100 ml de jus. J. BÉNGERET, en 1958, dans un exposé très détaillé d'une méthode originale du dosage de la Vitamine C, réunit dans le tableau n° 8, les teneurs moyennes en acide ascorbique et en vitamine C totale contenues dans 100 grammes de baies de cassis. Soulignons l'intérêt particulier de ce dernier travail qui différencie l'acide ascorbique réellement présent dans le cassis de la vitamine C totale (acide ascorbique + acide déhydro-ascorbique).

Teneurs moyennes en acide ascorbique (a)

100 grammes de baies de cass

Nos échant.	(a)	(b)	Variété
1	92	166	Noir de Bourgogne
2	152	206	Noir de Bourgogne
3	119	218	Noir de Bourgogne
4	177	186	Noir de Bourgogne
5	104	119	Noir de Bourgogne
6	107	126	Royal de Naples
7	182	276	Noir de Bourgogne
8	184		
9		246	Noir de Bourgogne
	120	130	Noir de Bourgogne
10	113	166	Noir de Bourgogne
11	119	140	Noir de Bourgogne

N.B.- Analyses effectuées 2 jours après la cueillette

(1) - J. BERGERET - Contribution à l'étude de la vi
chromatographie sur papier - Application au j
1958 n° 4 - p. 299 - 304.-

Tableau n° 8.

et en vitamine C (b) en mg. pour
s. (1)

Provenance	Date cueillette
Ruffey-lès-Echirey (C.O.)	23/6/1957
Ruffey-lès-Echirey (C.O.)	26/6/1957
Ruffey-lès-Echirey (C.O.)	1/7/1957
Bévy (C.O.)	2/7/1957
Collonges-lès-Bévy (C.O.)	2/7/1957
Bévy	2/7/1957
Ruffey-lès-Echirey (C.O.)	4/7/1957
Corgoloin	4/7/1957
Fussey	4/7/1957
Vosne-Romanée	4/7/1957
Ruffey-lès-Echirey	4/7/1957

e, baies conservées au frigo.

amine C dans les jus de fruits par
s de cassis.- Industr. alim. agric.

Nos dosages ont été effectués par la méthode de TILLMANN. Les chiffres trouvés sont du même ordre de grandeur que ceux des auteurs précités, comme le montre le tableau n° 9. Le rendement de 100 gr. de jus pour 100 gr. de grappe nous permet une assimilation du jus industriel au moût. Nous avons trouvé que les quantités d'acide ascorbique sont sensiblement égales dans le fruit et dans le jus de première presse. Les reprises des marcs par l'eau chaude libèrent peu d'acide ascorbique, de sorte que le jus final est beaucoup plus pauvre que les fruits utilisés.

Sans établir de relation étroite entre nos travaux et ceux de J. KOCH et E. ZEYEN, il semble qu'à rendement égal et préparation identique les jus préparés en Allemagne soient un peu plus riches que les produits que nous avons étudiés.

Nous avons ensuite calculé les fractions libres et salifiées de cet acide, compte tenu du pH, que nous avons groupées dans le tableau n° 9. Nous avons maintenant tous les éléments nécessaires à l'établissement d'un bilan physico-chimique complet que nous exprimons en milliéquivalents et que nous rapportons à 100 grammes d'échantillon

frais analysé, dans les tableaux 10 et 11, en tenant compte de l'ion ammonium qui avait disparu lors de la calcination.

Le tableau 12 rassemble les divers résultats obtenus. Les petites différences enregistrées montrent que cette balance s'ajuste aussi bien que possible, ce qui établit la validité de nos dosages.-

Teneurs en acide ascorbique en mg pour 100 grs
d'échantillon frais contenues dans les
intermédiaires de la fabrication du jus de cassis.

Evaluations de leurs formes libre et salifiée
compte-tenu du pH, à partir des valeurs totales
dosées.-

Nos	Nature des prélèvements	pH	Acide ascorbique		
			Total	Libre	Salifié
1	Fruits, sortie du précuiseur.	3,30	200	188	12
2	Malaxage, dépectinisation.	3,35	209	195	14
3	Jus première presse.	3,30	184	172	12
4	Dépôt de décantation du jus première presse.	3,05	92	88	4
5	Jus centrifugé.	2,90	174	169	5
6	Résidu de centrifugation.	3,30	92	86	6
7	Jus brut pasteurisé.	2,90	195	190	5
9	Marc + eau à 80° C.	3	72	69	3
10	Jus deuxième presse.	3,15	72	68	4
11	Jus troisième presse.	3,25	68	64	4
13	Jus industriel pasteurisé.	3	88	84	4

Tableau n° 9.

Bilans des acides organiques. Tous les résultats sont expr

	1	2	3	4
Prélèvements	Sortie du : précui- seur	Malaxage : dépecti- nisation	Jus : première presse	Résidu : jus lèr presse
Acide citrique	47,1	46	58	53,1
Acide malique	4	4,4	4,1	4,2
Acide lactique	1,1	1,4	2	1
Acide ascorbique	2,2	2,3	0,9	1,3
POTATX =====	54,4	54,1	55,0	59,6
Acidité de titration	41	40,5	48,1	49
Alcalinité des cendres	8,1	7,9	8,3	8,3
Ion ammonium	3,2	2,8	3,6	1,5
TOTAUX	52,3	51,2	60	58,8
DIFFERENCES	- 2,1	- 2,9	- 5	- 0,8

s en milliéquivalents, et rapportés à 100 gr. de produit analysé.

5	6	7	9	10	11	13
s	Résidu de	Jus brut	Marc+eau	Jus	Jus	Jus
tri-	centrifugation	pasteurisé.	à 80° C	deuxième	troisième	industriel
é				presse	presse	pasteurisé
4	56,4	58,8	28,8	23,1	22,2	44,1
4	4,9	3,5	0,8	1,1	1,3	2,3
6	1,4	1,2	0,3	0,5	0,4	1,1
9	1,1	2,2	0,8	0,8	0,8	1
3	63,8	65,7	30,7	25,5	24,7	48,5
2,1	49,3	54,3	24,4	19,7	20,5	40
7	8,3	7,4	4,4	3,4	3,6	6,3
6	3,4	1	1	1,1	1,1	1,4
4	61,0	62,7	29,8	24,2	25,2	47,7
2,9	- 2,8	- 3	- 0,9	- 1,3	+ 0,5	- 0,8

Bilans physico-chimique des acides organiques. Tous les
rapportés à 100 grammes

Numéros des prélèvements	1	2	3	4
pH	3,30	3,35	3,30	3,05
Etat des acides	I : S	L : S	L : S	L : S
Acide citrique.	36,5:10,5	35,4:10,5	45 :13	44,1: 8,9
Acide malique.	3,1: 0,8	3,3: 1	3,2: 0,8	3,7: 0,5
Acide lactique.	0,8: 0,2	1 : 0,3	0,7: 0,2	1,1: 0,2
Acide ascorbique.	2,1: 0,1	2,2: 0,1	1,9: 0,1	1 : -
TOTAL	42,5:11,6	41,9:11,9	50,8:14,1	49,9: 9,6
Acidité de titration corrigée	41	40,5	48,1	49
Alcalinité des cendres + ion ammonium	11,3	10,7	11,9	9,8
DIFFERENCES	-1,5:-0,3	-1,4:-1,2	-2,7:-2,2	-0,9:+0,2

sultats sont exprimés en milliéquivalents et
produit analysé.

=====															
5	6	7	9	10	11	13									
2,90	3,30	2,90	3	3,15	3,25	3									
Jus centri- fugé.	Résidu de centrifugation.	Jus brut pasteu- risé.	Marc+eau à 80° C	Jus deuxième presse.	Jus après rebêchage	Jus industriel pasteurisé									
L : S	L : S	L : S	I : S	L : S	L : S	I : S									
5: 7,8	43,2	13,1	50,7	8,1	24,2	4,5	18,7	4,4	18,8	3,4	37,1	7			
5: 0,8	3,5	1,3	3,1	0,4	0,6	0,1	0,9	0,2	1,1	0,2	1,9	0,3			
6: 0,2	1	0,3	1,1	0,1	0,2	-	0,4	-	0,3	0,2	0,9	0,1			
9: -	0,9	-	2,1	-	0,7	-	0,7	-	0,8	-	0,9	-			
5: 8,8	48,6	14,7	57	8,6	25,7	4,6	20,7	4,6	21	3,8	40,8	7,4			
1: 49,3	54,3	24,4	19,7	20,5	40										
9,3	11,7	9,5	5,5	4,5	4,7	7,7									
4: +0,5	+0,7	-3	-2,7	+0,9	-1,3	+0,9	-1	-0,1	-0,5	+0,9	-0,8	+0,3			

Bilans des anions et des cations. Tous les résultats
rapportés à 100 grammes de p

		Anions minéraux			Anions organiques			
Nos:	Nature des prélèvements	Cl-	SO ₄	PO ₄	Acide citr.	Acide mal.	Acide lact.	Acide ascor.
1	Fruits, sortie du précuiseur.	0,6	1,5	2	47,1	4	1,1	2,2
2	Malaxage, dépectinisation	0,7	1,2	2,3	46	4,4	1,4	2,3
3	Jus première presse.	0,5	1	1,4	58	4,1	2	0,9
4	Résidu du jus de première presse.	0,6	2	2,7	53,1	4,2	1	1,7
5	Jus centrifugé.	0,5	0,8	1,5	57,4	4,4	0,6	1,9
6	Résidu de centrifugation.	0,2	1,3	2,2	56,4	4,9	1,4	1,7
7	Jus pasteurisé.	0,4	1,1	1,5	58,8	3,5	1,2	2,2
9	Marc + eau à 80°C	0,2	1	0,6	28,8	0,8	0,3	0,8
10	Jus deuxième presse.	0,2	0,6	0,7	23,1	1,1	0,5	0,8
11	Jus après rebêchage.	0,15	0,8	0,9	22,2	1,3	0,4	0,8
13	Jus mélangé pasteurisé.	0,3	1	1,1	44,1	2,3	1,1	1

Tableau n

ats sont exprimés en milliéquivalents et
duit analysé.

TOTALX	Cations minéraux					Acidité	TOTALX	DIFFÉ- RENCES
	K	Na	Ca	Mg	Fe	de titra- tion corrigée		
58,5	7,9	0,65	2,65	2,4	0,15	41	54,75	- 3,8
58,3	7,3	0,9	2,55	2	0,15	40,5	53,4	- 3,9
67,9	7,5	2,1	3,8	3,5	0,1	48,1	65,2	- 2,7
64,9	6,4	0,9	2,8	2	0,2	49	61,3	- 3,6
67,1	6,5	1	3,1	3	0,07	52,1	65,7	- 1,4
67,5	6,7	1,3	3,4	3	0,1	49,3	63,8	- 3,7
68,7	6,6	0,9	3,3	1,3	0,07	54,3	67	- 1,7
32,7	4	0,6	1	1,2	0,1	24,4	31,3	- 1,4
27	2,9	0,7	1	1	0,05	19,7	26,3	- 0,7
26,5	3,2	0,5	1,55	1	0,05	20,5	26,8	+ 0,3
50,9	6	0,7	1,7	1,3	0,05	40	49,7	- 1,2

C O N C L U S I O N S

Au cours de ce travail nous avons d'abord étudié simultanément les variations de poids des divers "éléments botaniques" de la grappe (rafle, pellicule, pulpe et baies entières) au cours de la maturation et les variations de composition chimique de chacun d'eux. Nous avons trouvé que :

- 1° - L'extract sec diminue dans la rafle, demeure à peu près constant dans la pellicule et augmente dans la pulpe.
- 2° - Les cendres diminuent dans la rafle et dans la pellicule, mais augmentent légèrement dans la pulpe, tandis qu'elles diminuent légèrement dans la baie. Leur alcalinité varie dans le même sens.
- 3° - Le potassium et l'acide phosphorique sont à beaucoup près, les constituants minéraux les plus importants. D'une façon générale, la plupart des éléments minéraux décroissent d'abord rapidement, puis plus lentement, depuis la véraison jusqu'à la cueillette, dans la rafle et la pellicule. Ils sont à peu près stables pour la pulpe sauf pour le potassium qui augmente.

Dans la baie, ils accusent une légère baisse, à l'exception du potassium qui augmente. Les taux de fer et de cuivre sont toujours très faibles.

Les résultats analytiques rapportés d'abord à 100 grammes de chacun des éléments botaniques comme on le fait généralement en analyse végétale, ont été ensuite rapportés à 100 grammes de grappes entières. Cette présentation des résultats que nous croyons nouvelle nous a paru plus rationnelle puisqu'en l'occurrence la fabrication industrielle est conduite de telle manière que 100 grammes de grappes fraîches fournissent 100 grammes de jus. Elle permet donc en définitive une comparaison efficace de l'influence des diverses phases de la fabrication du jus de cassis sur sa composition finale.

C'est cette comparaison qui fait l'objet de la troisième partie de notre travail, dans laquelle nous avons complété la détermination des composants minéraux du jus par celle des acides organiques en y comprenant l'acide ascorbique. Nous avons montré que :

1° - L'acide lactique est un constituant constant de l'acidité des jus de cassis, dans lequel il accompagne les acides malique et citrique, ce dernier étant

nettement prédominant. La présence de l'acide lactique dans le jus de cassis n'avait été que rarement signalée jusqu'ici et avait fait l'objet de controverses.

- 2° - La majeure partie de ces acides se trouve à l'état libre. La fraction salifiée ne représente que le 1/4 environ de l'acidité totale.
- 3° - L'acide ascorbique se retrouve dans les jus industriels à raison de 48 % de l'acide contenu dans le jus de première presse et de 45 % de l'acide contenu dans les fruits à la sortie du précuiseur. Compte tenu de l'addition d'eau au cours de la fabrication on peut dire que l'on retrouve environ la moitié de l'acide ascorbique contenu dans le fruit, soit pratiquement 88 mgrs pour 100 grammes d'échantillon frais. On est donc en droit de parler de la valeur diététique du jus de cassis.

Enfin, nous avons rassemblé tous nos résultats en un bilan général dont la balance montre que nous n'avons laissé de côté que d'infimes quantités de substances, établissant du même coup la valeur de nos méthodes analytiques.

Nous pensons que ce bilan et les tableaux qui figurent dans ce mémoire apportent une contribution nouvelle et importante à la connaissance du cassis.-

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES.

- 1) LASSAGNE H., 5-6/II/1961. Les productions de fruits et légumes en Côte d'Or. La journée viticole.
- 2) VERCIER J., 1930. Le cassis, librairie agricole de la maison rustique, Paris.
- 3) BERGERET J., 1958. Contribution à l'étude de la Vitamine C dans les jus de fruits par chromatographie sur papier. Application au jus de cassis. Industr. alim. agri., n° 4, 299 - 304.
- 4) BERGERET J., 1959. Le fer et le cuivre dans le cassis. C.R. Acad. Agric., 893.
- 5) GOUNY P., VANGHEESDAELE G., 1960. Observations sur l'évolution biochimique des fruits de cassis au cours de leur développement. Ann. Physiol. Vég., 4, 269 - 279.
- 6) PUISSANT A., 1960. Etude de la variation de la teneur en NH_4 , K, Ca, Mg, de quelques raisins au cours de la maturation. Ann. Technol. agric., 11, 258 - 273.
- 7) TRUHAUT R., BOHUON C., LE TALAER J.Y., 1961. Microdosage colorimétrique du phosphore. Application au dosage du phosphore nucléique ou au dosage du phosphore minéral du sérum. Ann. Biol. clin. n° 10-12. 859 -865.

- 8) DEIBNER L., BOUZIGUES H., 1955. Dosage de l'anion ortho-phosphorique dans les vins par le procédé électrophotométrique au bleu phosphomolybdique. Ann. Technol. agric., 3, 327.
- 9) JAULMES P., 1951. Analyse et contrôle des vins, librairie Poulain, Montpellier, 115.
- 10) KIGER J., 1944. Contribution à l'étude de la valeur alimentaire du pain d'épices et des transformations chimiques produites au cours de sa fabrication. Imprimerie Darantière, Dijon, 49 - 59.
- 11) JAULMES P., Melle HAMELLE G., 1956. La détermination de l'extrait sec des vins. Mises au point de chimie analytique, 41ème série, 36 - 56.
- 12) JAULMES P., 1951. Analyse et contrôle des vins, librairie Poulain, Montpellier, 104 - 105.
- 13) RIBERAU-GAYON J., PEYNAUD E., 1958. Analyse et contrôle des vins, 2ième édition, librairie Polytechnique Béranger Paris, 179.
- 14) PATTON J., REEDER W., 1956. New indicator for titration of calcium with E.D.T.A. Ann. Chem., 28, 1026 - 1028.
- 15) JACQUIN P., 1958. Le calcium et le magnésium dans les pommes et les poires et dans les produits cidricoles. Ann. Technol. agric., n° 3, 237.

- 16) TRONCHET J., 1958. La détermination complexométrique du calcium sérique. Proposition d'une technique de dosage direct. Ann. Biol. clin., 459 - 470.
- 17) PEYNAUD E., 1954. Méthode colorimétrique de dosage du cuivre dans les vins à l'aide du 2-2' diquinolyle. Chim. anal., 7, 187 - 190.
- 18) BELL R., DOISY E., 1920. I. Biol. Chem. 44, 55
(d'après Snell F., Snelle C., Colorimetric methods of analysis, 2, 666, Van Nostrand Company, Inc. New York, 1949).
- 19) ARRHENIUS O, 1929. Pflanzenernährung, Düngung und Bodenkunde, Teil A, 14, 135.
- 20) DEIBNER L., BOUZIGUES H., 1955. Dosage de l'anion orthophosphorique dans les vins par le procédé électrophotométrique au bleu phosphomolybdique. Ann. Technol. agric., 3, 309 - 334.
- 21) CORDONNIER E., BIZEAU Cl., 1960. Séparation par chromatographie d'échange d'ions et dosage des acides lactique, succinique et malique du vin. Ann. Technol. agric. 4, 349 - 362.
- 22) RIBEREAU-GAYON P., 1954. Evaluation de l'acide malique des vins par chromatographie sur papier. Ann. Falsif. Fraudes, 47, 3 - 9.

- 23) TILLMANS J., 1927. Z. Unters. Lebensmittel 54, 33.
- 24) KOCH J., ZEYEN E., 1957. Standardisation des productions de jus de cassis au moyen de l'analyse chimique. Fruchtsaft Industrie, 2, 121 - 127.
- 25) BAUMANN J., 1959. Handbuch des Süssmosters, Eugen Ulmer, Stuttgart, 46 - 53.
- 26) KOCH J., 1955. Neuzeitliche Erkenntnissgebiete der Süssmostherstellung. Flüssigs Obst 22, heft 1, 9 - 16.
- 27) JOSLYN M.A., MIST S., LAMBERT E., 1952. The clarification of apple juice by fungal pectic enzyme preparations. Food Technology, 6, 133 - 139.
- 28) GACHOT H., 1949. Les jus de fruits, Heitz éditeur, Strasbourg, 129.
- 29) AYRES A.D., CHARLEY V.L.S., SWINDELLS R., 1962. The chemical composition of some British blackcurrants, Beecham Foods Ltd, Brentford, Middlesex, 13.
- 30) GOUNY P., VANGHEESDAELE G., 1960. Observations sur l'évolution biochimique des fruits du cassis au cours de leur développement. Ann. Physiol. Vég., 4, 273.
- 31) RIBEREAU-GAYON J., PEYNAUD E., 1960. Traité d'oenologie, librairie polytechnique Béranger, Paris, 1, 61.

- 32) GATET L., 1940. Recherches biochimiques sur la maturation des fruits. These Sc. nat. Bordeaux.
- 33) HARTMANN A., 1954. Von mineralstoffen in unseren früchten Schweiz Obst-Weinb. 63, 123 - 125.
- 34) HEIMANN W., WUCHERPFENNIG K., REINTJES J.H., 1958. Neue Wege und Erkenntnisse bei der Gewinnung von Fruchtsäften, Flüssiges Obst, 4, 11 - 18.
- 35) WUCHERPFENNIG K., 1956. Procédé contenu d'extraction des jus de fruits. Flüssiges Obst 23, n° 1, 10 - 13.
- 36) MUTTELET C.F., 1909. Etude sur l'acidité des jus de Fruits. Ann. Falsif. Fraudes, 383 - 386.
- 37) GUILLAUME A., Mme ADNOT J., 1933. Variations de la teneur en acide citrique et en matières sucrées dans les fruits de cassis suivant les degrés de maturité. Ann. Falsif. Fraudes, 75.
- 38) MUTTELET C.F., 1926. Les acides des fruits à confiture. Ann. Falsif. Fraudes, 235.
- 39) AYRES A.D., CHARLEY V.L.S., SWINDELLS R., 1962. The chemical composition of some British blackcurrants, Beecham Foods Ltd. Brentford Middlesex, 13. (d'après Whiting G.C., 1958. J. Sc. Food Agric. 9, 244).

- 40) MEHLITZ A., MATZIK B., 1958. Über Untersuchungen an roten und schwarzen johannis beersäften. Ind. Obst und Gemüseverwert. 43, 171 - 176.
- 41) BOUSCHARAIN H., BERGERET J., 1962. Sur la présence de l'acide lactique dans les baies de cassis, C.R. Acad. Sc., 256, 2249 - 2250.
- 42) MEHLITZ A., 1959. Les constituants des jus de fruits, 1er rapport sur le 5ième Congrès International des jus de fruits à Vienne, 4.
- 43) TRESSLER D.K., JOSLYN M.A., 1961. Fruit and vegetable juice processing technology, the avi publishing company, inc., Wesport, Connecticut, 184.
- 44) KOCH J., ZEYEN E., 1957. Standardisation des productions de jus de cassis au moyen de l'analyse chimique. Fruchtsaft. Industrie, 2, 121 - 127.
- 45) KOCH J., BREITHAUER J., 1957. Dosage de l'acide l. ascorbique au cours de la fabrication du jus de cassis, Fruchtsaft ind. 2, 60 - 61.
- 46) BAUMANN J., 1959. Erntegergebnisse bei schwarzen Johannis beeren 1959. Flüssiges Obst, 9, 10 - 14.
- 47) LAVOLLAY J., PATRON A., 1948. Les jus de fruits, Institut des fruits et agrumes coloniaux 12 - 13.

DEUXIEME THESE

Proposition donnée par la Faculté :

LES CONSERVATEURS CHIMIQUES ALIMENTAIRES,
ACTIONS, TOXICITE,
TENDANCES ACTUELLES.

Vu et approuvé :

DIJON, le 25 Mai 1964

Le Doyen de la Faculté des Sciences,

R. Cizy.

Vu et permis d'imprimer : 27 Mai 1964

Le Recteur de l'Académie de DIJON,

M. Bonchard _

